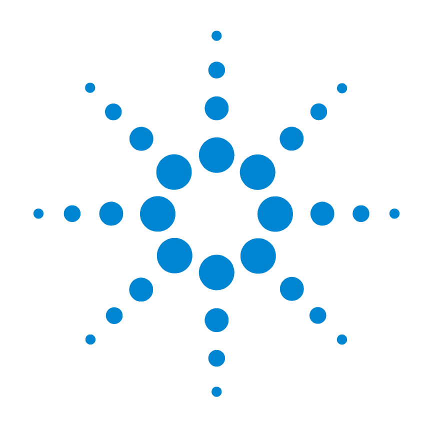


Agilent 5975
Série DDM

Manuel d'utilisation pour MassHunter



Avertissements

Référence du manuel

G3170-93056

Édition

Première édition, février 2013

Imprimé aux USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies en l'état et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, concernant ce manuel et les informations qu'il contient, y compris, mais non exclusivement, les garanties de qualité marchande et d'adéquation à un usage particulier. Agilent ne saurait en aucun cas être tenu pour responsable des erreurs ou des dommages incidents ou consécutifs, liés à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exactitude de ce document ou aux performances de tout produit Agilent auquel il se rapporte. Si Agilent et l'utilisateur ont passé un contrat écrit distinct, stipulant, pour le produit couvert par ce document, des conditions de garantie qui entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct remplacent les conditions énoncées dans le présent document.

Avertissements de sécurité

ATTENTION

La mention **ATTENTION** signale un danger pour le matériel. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque d'endommagement de l'appareil ou de perte de données importantes. En présence de la mention **ATTENTION**, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

AVERTISSEMENT

La mention AVERTISSEMENT signale un danger pour la sécurité de l'opérateur. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque grave, voire mortel pour les personnes. En présence d'une mention AVERTISSEMENT, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

À propos de ce manuel

Le présent manuel contient des informations permettant de faire fonctionner, d'exploiter et de maintenir le système de chromatographe en phase gazeuse/détecteur de masse (CPG/DDM) Agilent série 5975.

1 “Introduction”

Le chapitre 1 fournit des informations générales sur les DDM de la série 5975, dont une présentation de l'instrument, des avertissements généraux relatifs à la sécurité et les consignes de sécurité spécifiques à l'utilisation de l'hydrogène.

2 “Installation des colonnes CPG”

Le chapitre 2 décrit la préparation d'une colonne capillaire avant son utilisation sur le DDM, son installation dans le four CPG et son raccordement au DDM au moyen de l'interface CPG/DDM.

3 “Fonctionnement en mode impact électronique (EI)”

Le chapitre 3 décrit les opérations de base comme le réglage des températures, la surveillance des pressions, le réglage, la mise à l'air (ou mise à la pression atmosphérique) et la mise sous vide (ou évacuation). Une grande partie de ce chapitre est consacrée au fonctionnement en mode ionisation chimique (CI).

4 “Utilisation en mode ionisation chimique (CI)”

Le chapitre 4 décrit des opérations complémentaires nécessaires au fonctionnement en mode CI.

5 “Maintenance courante”

Le chapitre 5 décrit les procédures de maintenance communes aux instruments EI et CI.

6 “Maintenance CI”

Le chapitre 6 décrit les procédures spécifiques des DDM fonctionnant en CI.

A “Théorie de l'ionisation chimique”

L'annexe A présente un aperçu de la théorie de l'ionisation chimique.

Documentation utilisateur en ligne

À présent la documentation de votre appareil Agilent est réunie sur un seul support, à portée de main.



Le DVD des utilitaires d'instrument livré avec votre appareil contient un recueil étendu d'aide en ligne, de vidéos et de documents pour les produits Agilent **CPG 7890A**, **CPG 7820A**, **CPG 6890N**,**CPG 6850, CPG/SM 5975T LTM** , **ALS 7693A** et **ALS 7683B**. Sont également incluses des versions traduites des documents dont vous aurez le plus besoin comme :

- Se familiariser avec le CPG
- Les guides de sécurité et de réglementation
- Les listes de vérification de la préparation du site
- Le document d'installation
- Les guides d'utilisation
- Le manuel de maintenance du CPG
- Le manuel de dépannage

1
Introduction

Version DDM 5975 6
Abréviations utilisées 7
Le DDM série 5975 9
Description de l'instrument DDM avec CI 11
Avertissements importants relatifs à la sécurité 13
Des tensions dangereuses sont présentes sur de nombreuses pièces internes du DDM 13
Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du DDM 13
De nombreuses parties de l'appareil présentent une température élevée dangereuse 14
Le bac à huile placé sous la pompe primaire standard présente un risque d'incendie 14
Précautions relatives à l'hydrogène 15
Risques spécifiques de l'utilisation du chromatographe en phase gazeuse/détecteur de masse (DDM) 16
Accumulation d'hydrogène dans un DDM 16
Précautions à prendre 18
Homologations de sécurité et conformité à la réglementation 20
Informations 20
Symboles 21
Compatibilité électromagnétique 22
Déclaration sur les émissions sonores 22
Nettoyage et recyclage du produit 23
Éclaboussures 23
Déplacement et entreposage du DDM 23

Le présent manuel décrit le fonctionnement, l'exploitation et la maintenance des détecteurs de masse (DDM) série 5975 d'Agilent Technologies (DDM = MSD en anglais, acronyme de Mass Selective Detector également souvent utilisé en français).



Version DDM 5975

Les DDM série 5975 sont équipés soit d'une pompe à diffusion, soit d'une pompe turbomoléculaire (2 modèles différents). L'étiquette portant le numéro de série donne une référence de produit (Tableau 1) qui indique de quel type de DDM il s'agit exactement.

Tableau 1 Pompes secondaires disponibles

Dénomination du modèle	Référence produit	Description	Mode(s) d'ionisation
5975C TAD VL MSD	G3170A	DDM à pompe à diffusion	Ionisation par impact électronique (EI)
5975C TAD inert MSD 5975C TAD inert XL MSD	G3171A G3172A	DDM à pompe turbo standard DDM à pompe turbo "performance"	Ionisation par impact électronique (EI) Ionisation par impact électronique (EI)
5975C TAD inert XL MSD	G3174A	CI à masse élevée, pompe turbo "performance"	Ionisation par impact électronique (EI) Ionisation chimique négative (NCI) Ionisation chimique positive (PCI)
7820 MSD VL	G3175A	DDM à pompe à diffusion	Ionisation par impact électronique (EI)
7820 MSD	G3176A	DDM à pompe turbo standard	Ionisation par impact électronique (EI)

Abréviations utilisées

Les abréviations figurant dans le Tableau 2 sont utilisées dans le présent manuel. Elles sont répertoriées ici pour être consultées facilement.

Tableau 2 Abréviations

Abréviation	Définition
CA	Courant alternatif
ALS	Échantillonneur automatique de liquide (Automatic liquid sampler)
BFB	Bromofluorobenzène (composé de référence)
CI	Ionisation chimique
CC	Courant continu
DFTPP	Difluorotriphénylphosphine (composé de référence)
DIP	Sonde d'introduction directe (acronyme de Direct Insertion Probe)
DP	Pompe à diffusion
EI	Ionisation par impact électronique (acronyme de Electron Impact)
EM	Multiplicateur d'électrons (détecteur, acronyme de Electron Multiplier)
EMV	Tension du multiplicateur d'électrons (acronyme de Electron Multiplier Voltage)
EPC	Régulation électronique des gaz (acronyme de Electronic Pneumatic Control)
eV	Électron-volt
CPG	Chromatographe en phase gazeuse
HED	Dynode à haute énergie (acronyme de High-Energy Dynode), qualifie le détecteur et son alimentation
DI	Diamètre intérieur
LAN	Réseau local (acronyme de Local Area Network)
LCP	Tableau de commande local (acronyme de Local Control Panel), à l'avant du DDM
LTM	Faible inertie thermique (acronyme de Low Thermal Mass)

Tableau 2 Abréviations (suite)

Abréviation	Définition
m/z	Rapport masse/charge
MFC	Contrôleur de débit massique
DDM	Détecteur de masse (aussi MSD, acronyme de Mass Selective Detector, également souvent utilisé en français)
NCI	Négative, CI
OFN	Octafluoronaphthalène (composé de référence)
PCI	Ionisation chimique positive (Positive CI)
PFDTD	Perfluoro-5, 8-diméthyl-3, 6, 9-trioxydodécane (composé de référence)
PFHT	2, 4, 6-tris(perfluoroheptyl)-1, 3, 5-triazine (composé de référence)
PFTBA	Perfluorotributylamine (composé de référence)
Quad	Filtre de masse à quadripôle
RF	Radiofréquence
RFPA	Amplificateur de puissance de la radiofréquence (acronyme de Radio Frequency Power Amplifier)
Torr	Unité de pression, 1 mm Hg
Turbo/ Turbopompe	Turbomoléculaire, pompe turbomoléculaire

Le DDM série 5975

Le DDM série 5975 est un détecteur autonome pour la CPG capillaire qui peut être couplé à un chromatographe en phase gazeuse Agilent (Tableau 3). Caractéristiques principales du DDM :

- Tableau de commande local (LCP) permettant de suivre et commander son fonctionnement localement
- Une pompe secondaire (3 modèles différents selon la version du DDM)
- Une pompe primaire à palettes
- Une source à impact électronique à chauffage indépendant commandé par le DDM
- Filtre de masse quadripolaire hyperbolique à chauffage indépendant commandé par le DDM
- Détecteur à multiplicateur d'électrons à dynode à haute énergie (HED)
- Interface CPG/DDM à chauffage indépendant commandé par le CPG
- Modes d'ionisation chimique disponibles (EI/PCI/NCI)

Description physique

Le DDM série 5975 est constitué d'un boîtier parallélépipédique, d'environ 42 cm de haut, 26 cm de large et 65 cm de profondeur. Il pèse 25 kg en version pompe à diffusion, 26 kg en version turbo standard et 29 kg en version turbo "performance". La pompe primaire séparée (vide grossier) pèse quant à elle 11 kg (pompe standard).

Les principaux sous-ensembles de l'instrument sont : le châssis et les capots, le tableau de commande local, le système de vide, l'interface CPG, l'électronique et l'analyseur.

Tableau de commande local

Le tableau de commande local (LCP) sert à suivre et commander localement le fonctionnement du DDM. Il permet de faire les réglages du DDM, de lancer l'exécution d'une méthode ou d'une séquence et de suivre l'état de l'instrument.

Jauge à vide

Le MSD série 5975 peut être équipé d'une jauge à ionisation. Le logiciel d'acquisition de données MassHunter permet de lire la pression (vide secondaire) qui règne dans l'enceinte de l'analyseur. Le fonctionnement du contrôleur de jauge est décrit dans ce manuel.

La jauge est ***indispensable*** pour le fonctionnement en ionisation chimique (CI).

Tableau 3 Modèles et caractéristiques des DDM série 5975

	Modèle			
Caractéristique/Fonction	**G3170A G3175A**	**G3171A G3176A**	**G3172A**	**G3174A**
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo standard	Turbo "performance"	Turbo "performance"
Débit de colonne optimal, He, ml/min	1	1	1 à 2	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, ml/min*	1,5	2	4	4
Débit gazeux max., ml/min†	2	2,4	6,5	6,5
DI max. de colonne	0,25 mm (30 m)	0,32 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
CI	Non	Non	Non	Oui
DIP‡ (sonde non Agilent)	Oui	Oui	Oui	Oui

* Débit gazeux total entrant dans le DDM : débit de colonne + éventuel débit de gaz réactif.

† Dégradation certaine de la qualité des spectres et de la sensibilité.

‡ Sonde d'introduction directe (DIP = Direct insertion probe).

Description de l'instrument DDM avec CI

Figure 1 présente une vue générale d'un système CPG/DDM 5975 type.

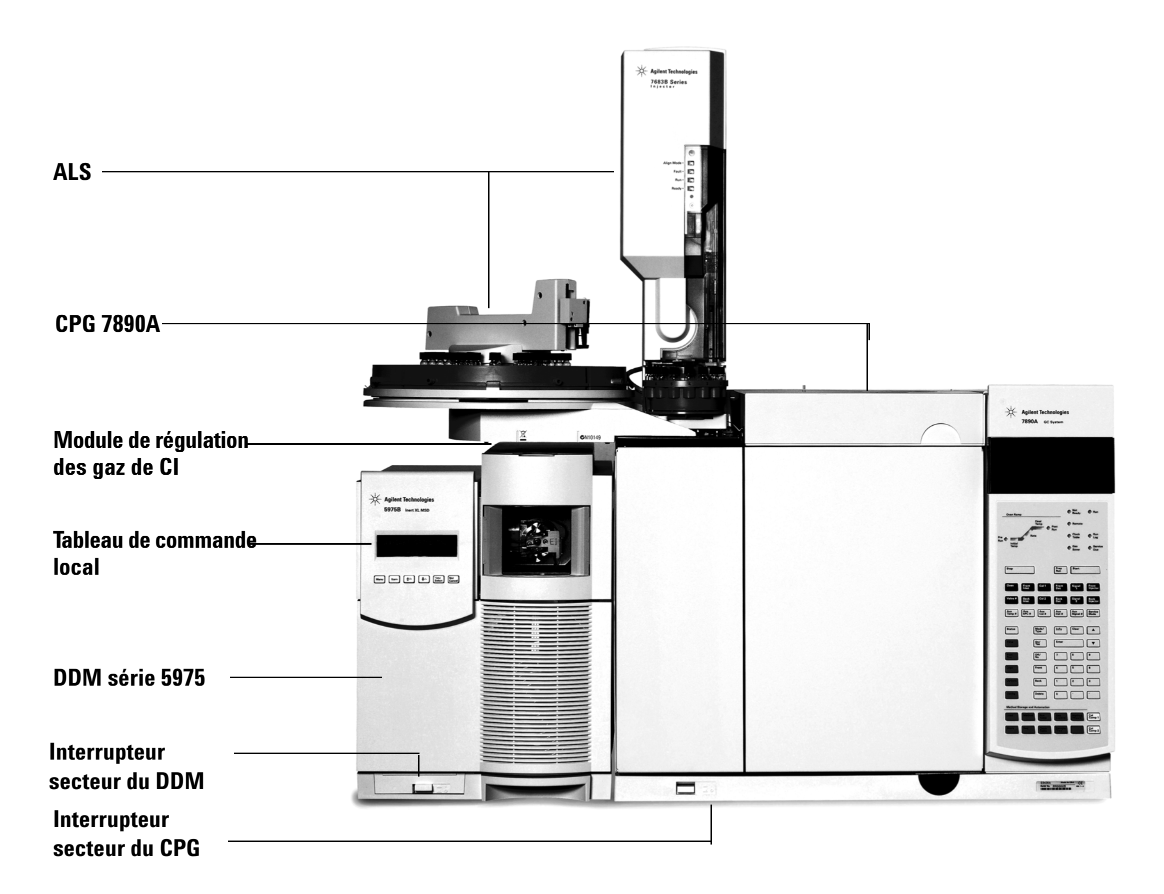


Figure 1 Système CPG/DDM série 5975

Le spectromètre est conçu pour que le DDM série 5975 fournisse des spectres d'ionisation chimique classique de haute qualité comportant des ions "moléculaires" d'adduction. Plusieurs gaz réactifs peuvent être utilisés.

Dans ce manuel, le terme "DDM CI" désigne le DDM G3174A et les DDM G3172A mis à niveau pour la CI. Sauf indication contraire, ceci est également valable pour le module de régulation des gaz de ces instruments.

Caractéristiques supplémentaires des systèmes CI de la série 5975 :

- Interface CPG/DDM EI/CI,
- Source d'ionisation chimique et cône d'étanchéité de l'extrémité de l'interface,
- Module de régulation de débit des gaz réactifs,
- Alimentation HED bipolaire pour fonctionner en PCI et NCI.

Une cartouche de purification du méthane/isobutane (fournie) est ***indispensable***. Cette cartouche élimine l'oxygène, l'eau, les hydrocarbures et les composés soufrés.

Un contrôleur de jauge (G3397A) est ***indispensable*** pour afficher le vide secondaire en CI et est également recommandé en EI.

Le système DDM CI a été conçu pour obtenir la pression de source relativement élevée nécessaire pour le fonctionnement en CI tout en maintenant un vide secondaire suffisant dans la région du quadripôle et du détecteur. Les joints spéciaux du circuit gazeux du gaz réactif et les très petits orifices de la source maintiennent le gaz dans le volume d'ionisation suffisamment longtemps pour que les réactions chimiques appropriées puissent se produire.

L'interface CI est équipée d'un circuit gazeux spécial d'introduction du gaz réactif. Un cône d'étanchéité isolant et à ressort s'adapte à l'extrémité de l'interface.

Passer de la CI à l'EI et vice versa prend moins d'une heure bien qu'une à deux heures soient nécessaires pour purger le circuit de gaz réactif et éliminer l'eau et d'autres contaminants. Pour passer de la PCI à la NCI il faut environ 2 heures car la source doit refroidir.

Avertissements importants relatifs à la sécurité

Il y a plusieurs précautions de sécurité qu'il ne faut jamais perdre de vue lors de l'utilisation des DDM.

Des tensions dangereuses sont présentes sur de nombreuses pièces internes du DDM

Lorsque le DDM est branché au secteur, même avec l'interrupteur en position arrêt, les points suivants sont portés à des tensions potentiellement dangereuses :

- câblage entre le cordon d’alimentation du DDM et l’alimentation CA, l’alimentation CA elle-même et le câblage entre l’alimentation CA et l’interrupteur.

Lorsque l'appareil est sous tension (interrupteur en position marche), il existe aussi des tensions dangereuses sur :

- toutes les cartes électroniques de l'instrument,
- les fils et câbles internes connectés à ces cartes,
- les fils d'alimentation de tous les chauffages (four, détecteur, injecteur, compartiment de vannes).

AVERTISSEMENT **Toutes ces parties sont protégées par des capots. Si les capots sont bien en place, il est peu probable que l'on entre accidentellement en contact avec ces tensions dangereuses. Sauf instruction contraire, il ne faut jamais retirer un capot à moins que le détecteur, l'injecteur et le four ne soient hors tension.**

AVERTISSEMENT **Si l'isolant du câble d'alimentation présente des signes de faiblesse ou d'usure, il faut le remplacer. Contactez un représentant du service après-vente Agilent.**

Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du DDM

Les décharges électrostatiques peuvent endommager les cartes à circuit imprimé du DDM. Ne les touchez pas, sauf en cas de nécessité absolue. Pour manipuler une carte, portez un bracelet antistatique mis à la terre et tenez la carte par les bords uniquement. Le port d'un bracelet antistatique mis à la terre est nécessaire à chaque fois que le capot droit du DDM est retiré.

De nombreuses parties de l'appareil présentent une température élevée dangereuse

De nombreuses pièces du CPG/DDM fonctionnent à des températures suffisamment élevées pour provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- les injecteurs,
- le four et son contenu,
- le détecteur,
- les écrous de fixation de colonne sur l'injecteur ou le détecteur,
- le compartiment de vannes,
- la pompe primaire.

Avant toute intervention dans ces zones, il faut toujours les laisser refroidir à la température ambiante. Pour qu'une zone chauffée refroidisse plus vite, commencez par la régler sur la température ambiante. Une fois la température de consigne atteinte, coupez l'alimentation de la zone. Dès qu'il s'avère nécessaire d'intervenir sur ces parties à haute température, utiliser une clé et porter des gants. Dans la mesure du possible, refroidissez la pièce concernée avant de commencer l'intervention.

AVERTISSEMENT **Prenez des précautions lorsque vous travaillez derrière l'instrument. Pendant les cycles de refroidissement, le CPG évacue des gaz chauds susceptibles d'occasionner des brûlures.**

AVERTISSEMENT **L'isolant qui protège les injecteurs, les détecteurs, le compartiment des vannes et les coupelles d'isolation est fait de fibres réfractaires. Pour éviter l'inhalation de particules de fibres, il est conseillé de respecter les consignes de sécurité suivantes : ventilez la zone de travail ; portez des manches longues, des gants, des lunettes de sécurité et un respirateur jetable pour filtrer les poussières et les vapeurs ; jetez les isolants dans un sac plastique fermé hermétiquement ; après avoir manipulé les isolants, lavez-vous les mains avec un savon doux et à l'eau froide.**

Le bac à huile placé sous la pompe primaire standard présente un risque d'incendie

Les chiffons ou papiers absorbants huileux qui s'y trouveraient pourraient s'enflammer et endommager la pompe ou d'autres parties du DDM.

AVERTISSEMENT **Les matériaux combustibles (ou mèches absorbantes inflammables ou non) placées sous, sur ou autour de la pompe primaire font naître un risque d'incendie. Il faut conserver le bac propre et ne pas y laisser de matériaux absorbants comme du papier essuie-tout.**

Précautions relatives à l'hydrogène

AVERTISSEMENT **L'utilisation de l'hydrogène comme gaz vecteur CPG présente un risque potentiel.**

AVERTISSEMENT **L'utilisation de l'hydrogène (H_2) comme gaz vecteur ou combustible engendre un risque d'explosion en cas de fuite dans le four du CPG. Lorsque l'instrument est alimenté en hydrogène, il faut donc maintenir l'alimentation fermée jusqu'à ce que tous les raccordements aient été effectués et s'assurer que les raccords de colonne côtés injecteur et détecteur sont soit reliés à une colonne, soit obturés.**

L'hydrogène est hautement inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. À chaque utilisation d'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant de vous servir de l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

L'hydrogène est couramment utilisé comme gaz vecteur dans les CPG. Il présente un risque d'explosion et possède d'autres caractéristiques dangereuses.

- L'hydrogène est combustible sur une large plage de concentrations. À la pression atmosphérique, il est combustible pour une concentration volumique comprise entre 4 et 74,2 %.
- De tous les gaz, l'hydrogène est celui qui présente la plus grande vitesse de combustion.
- L'hydrogène possède une très faible énergie d'inflammation.
- En cas de détente brutale, l'hydrogène peut s'enflammer spontanément.
- La flamme de l'hydrogène est peu lumineuse et peut passer inaperçue sous un bon éclairage ambiant.

Précautions d'utilisation du CPG

Lorsque le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, enlevez le grand couvercle en plastique de la ligne de transfert du DDM située sur le panneau gauche du CPG. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, ce couvercle risquerait de se déplacer.

Risques spécifiques de l'utilisation du chromatographe en phase gazeuse/détecteur de masse (DDM)

L'hydrogène présente de nombreux risques. Certains sont généraux, d'autres sont spécifiques de l'utilisation avec un CPG ou un système CPG/DDM. Voici une liste non exhaustive des risques potentiels :

- Inflammation de l'hydrogène qui s'échapperait suite à une fuite
- Inflammation consécutive à une détente rapide de l'hydrogène qui s'échapperait d'une bouteille à haute pression
- Combustion ou explosion de l'hydrogène qui se serait accumulé dans le four du CPG (consulter la documentation du CPG et l'étiquette apposée sur le bord supérieur de la porte du four du CPG)
- Combustion ou explosion de l'hydrogène qui se serait accumulé dans le DDM

Accumulation d'hydrogène dans un DDM



Le DDM ne peut pas détecter les fuites qui pourraient se produire au niveau de l'injecteur ni du détecteur. C'est la raison pour laquelle il est crucial de connecter une colonne sur les raccords de colonne ou bien d'obturer ces derniers.

Tous les utilisateurs doivent connaître les circonstances conduisant à l'accumulation de l'hydrogène (voir le Tableau 4) ainsi que les précautions à prendre en cas de suspicion ou de découverte d'une telle accumulation. On notera que toutes ces circonstances sont valables sur *tous* les spectromètres de masse, DDM compris.

Tableau 4 Circonstances permettant l'accumulation de l'hydrogène

Circonstances	Résultats
Arrêt du spectromètre de masse	Il est possible d'arrêter volontairement un spectromètre de masse. Celui-ci peut aussi s'arrêter fortuitement en raison d'une défaillance interne ou externe. L'arrêt du spectromètre de masse ne coupe pas le débit de gaz vecteur. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.

Tableau 4 Circonstances permettant l'accumulation de l'hydrogène (suite)

Circonstances	Résultats
Fermeture des vannes automatiques d'arrêt du spectromètre de masse	Certains spectromètres de masse sont équipés de vannes automatiques d'arrêt des pompes à diffusion. Dans ces instruments, une action volontaire ou des défaillances diverses entraînent la fermeture des vannes d'arrêt. La fermeture des vannes d'arrêt ne coupe pas le débit de gaz vecteur. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Fermeture de la vanne d'arrêt manuel du spectromètre de masse	Certains spectromètres de masse sont équipés de vannes manuelles d'arrêt des pompes à diffusion. L'opérateur peut fermer les vannes d'arrêt de ces instruments. La fermeture des vannes d'arrêt ne coupe pas le débit de gaz vecteur. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Arrêt du CPG	Il est possible d'arrêter volontairement un CPG. Celui-ci peut aussi s'arrêter fortuitement en raison d'une défaillance interne ou externe. La façon dont le CPG réagit dépend du modèle. Si un CPG 6890 équipé d'un système de régulation électronique de pression (EPC) est arrêté, l'EPC coupe le débit du gaz vecteur. Si le débit du gaz vecteur **n'est pas** asservi par l'EPC, le débit augmente jusqu'à atteindre son maximum. Ce débit peut dépasser la capacité d'évacuation du spectromètre de masse et entraîner l'accumulation d'hydrogène dans l'instrument. Si le spectromètre de masse est arrêté en même temps, l'accumulation peut être relativement rapide.
Panne de secteur	En cas de panne de secteur, le CPG et le spectromètre de masse s'arrêtent tous deux. Toutefois, l'alimentation en gaz vecteur n'est pas nécessairement coupée. Comme décrit précédemment, dans certains CPG, la coupure de l'alimentation électrique peut entraîner l'augmentation du débit de gaz vecteur jusqu'à sa valeur maximale. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler dans le spectromètre de masse.

AVERTISSEMENT **Une fois que de l'hydrogène s'est accumulé dans le spectromètre de masse, il faut prendre d'extrêmes précautions pour l'éliminer. Une procédure erronée de démarrage d'un spectromètre de masse rempli d'hydrogène comporte un risque d'explosion.**

AVERTISSEMENT **Après une panne secteur, un spectromètre de masse peut redémarrer et commencer la procédure d'évacuation de façon automatique. Cela ne garantit pas que tout l'hydrogène présent dans le système a été éliminé ni que tout risque d'explosion est écarté.**

Précautions à prendre

Lors du travail sur un système CPG/DDM utilisant l'hydrogène comme gaz vecteur, prenez les précautions décrites ci-dessous.

Précautions relatives à l'équipement

Il est IMPÉRATIF de s'assurer que la vis moletée avant de la plaque latérale est serrée à la main. Évitez de serrer exagérément la vis moletée car cela peut provoquer des fuites.

AVERTISSEMENT **Le non-respect de la procédure décrite ci-dessus pour le DDM augmente considérablement le risque de blessures corporelles en cas d'explosion.**

Vous devez également retirer le couvercle en plastique de la fenêtre en verre située à l'avant du DDM 5975. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, ce couvercle risquerait de se déplacer.

Précautions générales relatives au laboratoire

- Veillez à éliminer toute fuite sur les lignes de gaz vecteur. Assurez-vous périodiquement de l'absence de fuite d'hydrogène avec un détecteur de fuites.
- Éliminez le plus grand nombre possible de sources potentielles d'inflammation dans le laboratoire (flammes nues, appareils susceptibles de produire des étincelles, sources d'électricité statique, etc.).
- Ne laissez jamais l'hydrogène provenant d'une bouteille à haute pression s'échapper à l'air libre (risque d'inflammation spontanée).
- Préférez l'utilisation d'un générateur à celle d'une bouteille d'hydrogène.

Précautions d'exploitation

- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que le CPG ou le DDM sont arrêtés.
- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que le DDM est mis à la pression atmosphérique ; toutefois, veillez à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que les vannes d'arrêt du DDM sont fermées ; toutefois, veillez à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermez l'hydrogène à sa source en cas de panne secteur.
- Si une panne secteur est survenue alors que le système CPG/DDM n'était soumis à aucune surveillance, et même s'il a redémarré automatiquement, effectuez la procédure suivante :
    1. Coupez immédiatement l'hydrogène à sa source.
    2. Mettez le CPG hors tension.
    3. Mettez le DDM hors tension et laissez-le refroidir pendant 1 heure.
    4. Éliminez **toutes** les sources potentielles d'inflammation présentes dans la salle.
    5. Mettez l'enceinte à vide du DDM à la pression atmosphérique.
    6. Patientez au moins 10 minutes pour que l'hydrogène se dissipe.
    7. Remettez le CPG et le DDM en marche, suivant la procédure normale.

Lors de l'utilisation d'hydrogène, contrôlez l'absence de fuite pour éviter le risque d'incendie ou d'explosion, conformément à la réglementation locale en matière d'hygiène, de sécurité et de protection de l'environnement. Après avoir remplacé une bouteille d'hydrogène ou travaillé sur les lignes d'alimentation, vérifiez toujours que le système ne comporte pas de fuite. Assurez-vous systématiquement que la ligne de sortie est reprise par une hotte aspirante.

Homologations de sécurité et conformité à la réglementation

Le DDM série 5975 respecte les normes de sécurité suivantes :

- CSA (Canadian Standards Association, Association canadienne de normalisation) : CAN/CSA-C222 n° 61010-1-04
- CSA/NRTL (Nationally Recognized Test Laboratory, Laboratoire d'essai certifié au Canada) : UL 61010–1
- CEI (Commission électrotechnique internationale) : 61010–1
- EN (norme européenne) : 61010–1

Le DDM 5975 respecte la réglementation suivante concernant la compatibilité électromagnétique (EMC) et les interférences en radiofréquences (RFI) :

- CISPR 11/EN 55011 : groupe 1, classe A
- CEI/EN 61326
- AUS/NZ

This ISM device complies with Canadian ICES-001. Cet appareil ISM est conforme à la Norme sur le Matériel Brouilleur NMB—001 (Canada).



Le DDM série 5975 est conçu et fabriqué selon un système d'assurance qualité certifié ISO 9001.

Informations

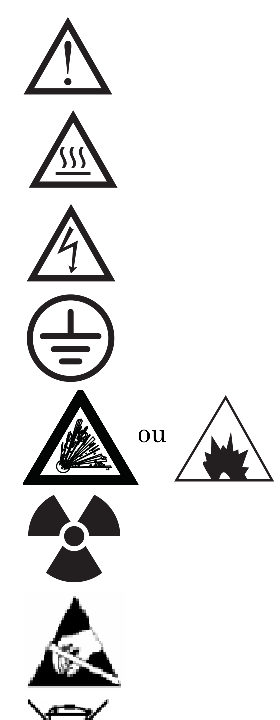
Le DDM série 5975 d'Agilent Technologies est conforme aux classifications CEI suivantes : équipement de classe I, équipement de laboratoire, catégorie d'installation II, degré de pollution 2.

Cet instrument a été conçu et testé selon des normes de sécurité reconnues ; il est conçu pour un usage en intérieur. Si l'instrument est utilisé d'une manière non spécifiée par le fabricant, la protection fournie par l'instrument peut en être diminuée. Si, pour une raison quelconque, le DDM ne présente plus la sécurité d'origine, déconnectez-le de toutes les sources d'énergie et veillez à ce qu'il ne puisse plus être utilisé.

Ne confiez les interventions qu'à des techniciens qualifiés. Un échange de pièces ou une modification non autorisée sur l'instrument peuvent compromettre la sécurité.

Symboles

Les avertissements figurant dans le manuel ou inscrits sur l'instrument doivent être respectés pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de celui-ci. Le non-respect de ces précautions constitue un manquement aux normes de sécurité et à l'utilisation prévue de l'instrument. La société Agilent Technologies décline toute responsabilité en cas d'inobservation de ces consignes.



Se référer aux documents annexes pour plus d'informations.

Surface chaude.

Risque d'électrocution.

Borne de terre.

Risque d'explosion.

Risque de radioactivité.

Risque de décharge électrostatique.

Indique que ce produit électronique ne peut être éliminé comme déchet ménager.

Compatibilité électromagnétique

Cet appareil est conforme aux exigences de la norme CISPR 11. Son utilisation est soumise aux deux conditions suivantes :

- L'instrument ne peut pas produire d'interférences dangereuses.
- L'instrument supporte les interférences, y compris celles pouvant engendrer un mauvais fonctionnement.

Si cet équipement produit une interférence avec la réception de la radio ou de la télévision, ce qui se démontre facilement en éteignant puis en rallumant l'instrument, essayez d'y remédier de la manière suivante :

1. Déplacez le récepteur ou son antenne.
2. Éloignez l'instrument du récepteur radio ou du téléviseur.
3. Branchez l'instrument sur une prise de courant différente, afin de séparer ses circuits électriques et ceux du récepteur radio ou du téléviseur.
4. Vérifiez que tous les périphériques sont également certifiés.
5. Vérifiez que des câbles de raccordement appropriés sont utilisés pour connecter l'instrument et les périphériques.
6. Consultez le distributeur, Agilent Technologies ou un technicien qualifié pour obtenir de l'aide.
7. Des modifications non expressément approuvées par Agilent Technologies peuvent rendre l'utilisation de l'instrument non conforme à la législation.

Déclaration sur les émissions sonores

Pression acoustique

Pression acoustique Lp <70 dB selon EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP <70 dB am nach EN 27779:1991.

Nettoyage et recyclage du produit

Pour nettoyer l'instrument, débranchez-le de son alimentation électrique et essuyez-le au moyen d'un tissu humide, non pelucheux. Pour recycler l'instrument, contactez l'agence commerciale Agilent la plus proche.

Éclaboussures

Ne pas éclabousser le DDM.

Déplacement et entreposage du DDM

La meilleure façon de maintenir le DDM en bon état de marche est de le laisser sous vide à température de service avec un débit de gaz vecteur. Pour le déplacer ou l'entreposer, quelques précautions supplémentaires sont nécessaires. Le DDM ne doit jamais être couché ni retourné ; cela nécessite de prendre des précautions particulières de transport. Le DDM doit rester à la pression atmosphérique le strict minimum de temps.

Table des matières

1 Introduction

Version DDM 5975 12

Abréviations utilisées 13

Le DDM série 5975 15

Description de l'instrument DDM avec CI 17

Avertissements importants relatifs à la sécurité 19

Précautions relatives à l'hydrogène 21

Précautions d'utilisation du CPG 21

Homologations de sécurité et conformité à la réglementation 26

Nettoyage et recyclage du produit 29

Éclaboussures 29

Déplacement et entreposage du DDM 29

2 Installation des colonnes CPG

Colonnes 32

Adaptation d'une colonne sur son support dans un CPG 6850 34

Préparation d'une colonne capillaire pour son installation 39

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division 41

Conditionnement d'une colonne capillaire 43

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM 44

Agilent 7890A et 7820A, et CPG 6890 44

CPG 6850 46

3 Fonctionnement en mode impact électronique (EI)

Exploitation du DDM depuis le système d'acquisition de données 51

Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP) 51

Messages d'état du LCP 53

ChemStation Loading <timestamp> 53
Executing <type>tune 53
Instrument Available <timestamp> 53
Loading Method <method name> 53
Loading MSD Firmware 53
Loading OS 54
<method> Complete <timestamp> 54
Method Loaded <method name> 54
MS locked by <computer name> 54
Press Sideplate 54
Run: <method> Acquiring <datafile> 54
Affichage de l'état du système pendant le démarrage 54

Menus LCP 55

Interface CPG/DDM EI 59

Avant de mettre le DDM en marche 61

Mise sous vide 62

Commande des températures 62

Commande du débit de la colonne 63

Mise à l'air du DDM 64

Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel 65

Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD 67

Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control » 70

Pour configurer la température de l'interface CPG/MSD depuis le logiciel MassHunter 72

Pour surveiller la pression du vide secondaire 73

Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne 75

Pour régler le MSD en mode EI 78

Pour vérifier les performances du système 80

Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977) 81

Dépose des capots du DDM 84

Mise à la pression atmosphérique du MSD 86

Ouverture de l'enceinte de l'analyseur 89

Fermeture de l'enceinte de l'analyseur 92

our mettre le MSD sous vide en mode EI 96

Transport et entreposage du DDM 98

Réglage de la température de l'interface CPG/DDM depuis le CPG 100

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Instructions générales 102

L'interface CPG/DDM CI 103

Fonctionnement du DDM CI 105

Procédure de passage de la source EI à la source CI 106

Pour mettre le MSD sous vide en mode CI 107

CPour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI 108

Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif 110
our régler le débit du gaz réactif méthane 114
Utilisation d'autres gaz réactifs 117
Procédure de passage de la source CI à la source EI 122
Réglage automatique en mode CI 123
Exécution d'un autoréglage en PCI (méthane seulement) 125
Exécution d'un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane) 127
Vérification des performances en PCI 129
Vérification des performances en NCI 130
Surveillance de la pression du vide secondaire 131

5 Maintenance courante

Avant de commencer 134
Maintenance du système de vide 139
Remplacement des fusibles primaires 140
Dépose de la source 142
Pour démonter la source EI standard ou inerte 145
Pour nettoyer la source EI 147
Pour assembler une source EI standard ou inerte 150
Pour remplacer un filament dans une source EI 153
Repose de la source EI 156
Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d’électrons 158

6 Maintenance CI

Informations générales 162
Configuration du DDM pour le fonctionnement en CI 163

Pour déposer la source CI 166

Pour démonter la source CI 168

Pour nettoyer la source CI 170

Pour assembler la source CI 172

Pour remplacer un filament dans une source CI 174

A Théorie de l'ionisation chimique

Présentation de l'ionisation chimique 178

Théorie de la CI positive 180

Théorie de la CI négative 187

2
Installation des colonnes CPG

Colonnes 32
- Conditionnement des colonnes 32
- Conditionnement des ferrules 33
- Conseils et astuces 33

Adaptation d'une colonne sur son support dans un CPG 6850 34
Préparation d'une colonne capillaire pour son installation 39
Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division 41
Conditionnement d'une colonne capillaire 43
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM 44

Pour pouvoir exploiter le système CPG/DDM, il faut d'abord choisir, installer et conditionner une colonne de CPG. Le présent chapitre décrit comment installer et conditionner une colonne. Pour choisir une colonne convenable et son débit, il faut connaître la version du système de vide du DDM. L'étiquette portant le numéro de série et le numéro de modèle est située sur la partie inférieure avant du panneau latéral gauche.



Colonnes

On peut utiliser de nombreux types de colonnes sur le DDM, avec toutefois quelques restrictions.

Pendant le réglage ou l'acquisition des données, le débit de la colonne ne doit pas dépasser la valeur maximale recommandée. C'est pourquoi la longueur et le débit de la colonne sont soumis à certaines limites. Le dépassement du débit recommandé entraîne la dégradation des données spectrales et de la sensibilité de l'instrument.

Garder toujours présent à l'esprit que le débit de la colonne dépend fortement de la température du four. Reportez-vous à la section “Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne” pour savoir comment mesurer le débit instantané de la colonne. Utiliser le logiciel de calcul de débit et le Tableau 1 pour déterminer si une colonne donnée aura un débit acceptable avec une pression d'injecteur réaliste.

Tableau 1 Débits gazeux

Caractéristique/Fonction	G3170A G3175A	G3171A G3176A	G3172A	G3174A
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo standard	Turbo "performance"	Turbo "performance"
Débit gazeux optimal, ml/min*	1	1	1 à 2	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, ml/min	1,5	2	4	4
Débit gazeux max., ml/min†	2	2,4	6,5	6,5
DI max. de colonne	0,25 mm (30 m)	0,32 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)

* Débit gazeux total traversant le DDM = débit de colonne + éventuel débit de gaz réactif

† Dégradation certaine de la qualité des spectres et de la sensibilité.

Conditionnement des colonnes



Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface CPG/DDM.

Le gaz vecteur entraîne fréquemment une faible quantité de phase stationnaire de la colonne. C'est ce qu'on appelle le ressuage de la colonne. Le ressuage de colonne dépose des traces de phase stationnaire dans la source du DDM. Cela diminue la sensibilité du DDM et rend le nettoyage de la source nécessaire.

Le ressuage des colonnes neuves ou faiblement réticulées est très commun. Il s'aggrave lorsque le gaz vecteur renferme des traces d'oxygène ou que l'on chauffe la colonne. Pour réduire la perte de phase stationnaire, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées ***avant*** d'être installées dans l'interface CPG/DDM.

Conditionnement des ferrules

Chauffer à plusieurs reprises les ferrules à leur température maximale d'utilisation avant de les installer peut réduire leur ressuage (désorption de composés chimiques).

Conseils et astuces

- La procédure d'installation des colonnes dans le DDM série 5975 est différente de celle des DDM précédents. L'utilisation de la procédure d'un autre instrument peut ***ne pas*** fonctionner et endommager la colonne ou le DDM.
- On peut retirer les anciennes ferrules des colonnes avec un chasse goupille ordinaire.
- Toujours utiliser un gaz vecteur d'une pureté minimale de 99,9995 %.
- En raison de la dilatation thermique, les ferrules peuvent se desserrer après quelques cycles de chauffage-refroidissement. Contrôler le serrage après deux ou trois cycles.
- Toujours porter des gants de nylon pour manipuler les colonnes, en particulier au niveau de l'extrémité qui doit être insérée dans l'interface CPG/DDM.

AVERTISSEMENT **Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le DDM et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le DDM et fait naître un risque d'explosion. Voir “Précautions relatives à l'hydrogène” .**

AVERTISSEMENT **Toujours porter des lunettes de sécurité pour manipuler les colonnes capillaires. Agir avec précaution pour éviter de se perforer la peau avec l'extrémité d'une colonne.**

Adaptation d'une colonne sur son support dans un CPG 6850

Avant d'installer un 6850, commencer par le configurer pour obtenir la meilleure position des extrémités de colonne pour l'installation dans l'interface CPG/DDM .

1 Déposer la colonne (19091S-433E, se trouve dans le kit expédié avec le CPG) à plat sur une surface propre, l'étiquette face à l'utilisateur en position 12h. Noter que les extrémités d'entrée et de sortie de la colonne sont orientées de la même manière que pour l'utilisation d'un détecteur CPG et que la sortie de la colonne est à l'arrière (plus près des pales du ventilateur) du support de colonne. Voir Figure 1.

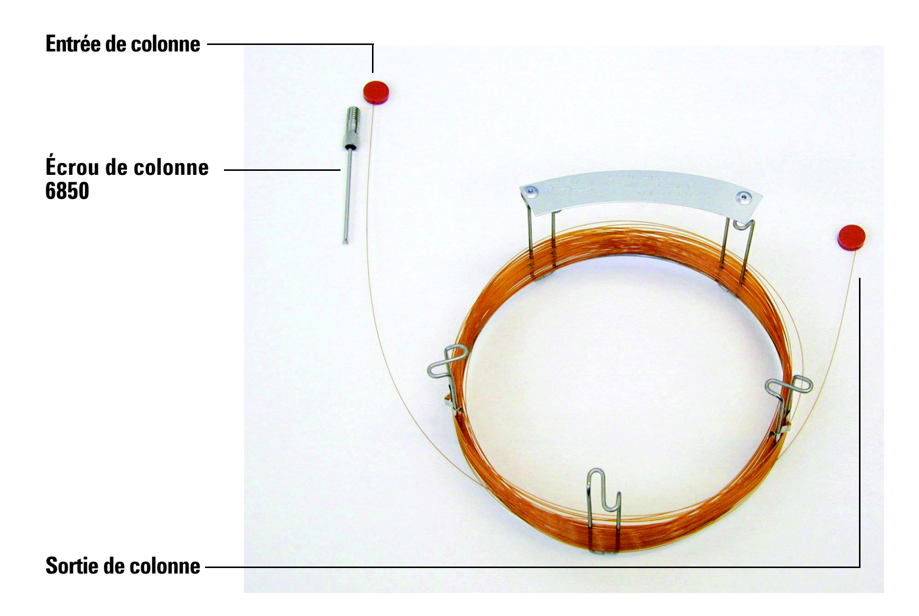


Figure 1 Colonne

2 Déposer le septum qui obture la SORTIE de la colonne et dégager la colonne sur 2 spires. Voir Figure 2.

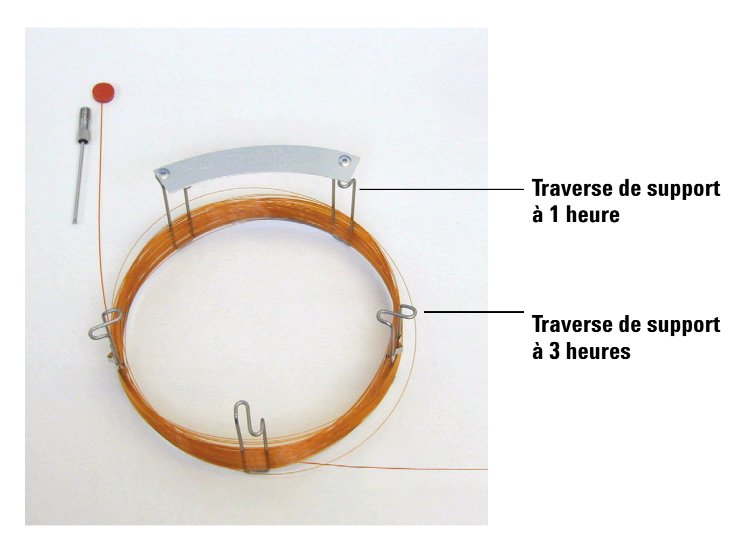


Figure 2 Colonne avec 2 spires dégagées

3 Fixer 3 attaches de colonne (référence G2630-20890) au support de colonne comme suit :

- Fixer la première à l'arrière de la traverse de support de colonne située à 1 heure.
- Fixer les 2 suivantes à l'avant de la traverse de support de colonne située à 3 heures.

Ces attaches facilitent l'orientation correcte des extrémités de la colonne et leur insertion dans l'injecteur et dans l'interface du DDM.

Voir Figure 3.

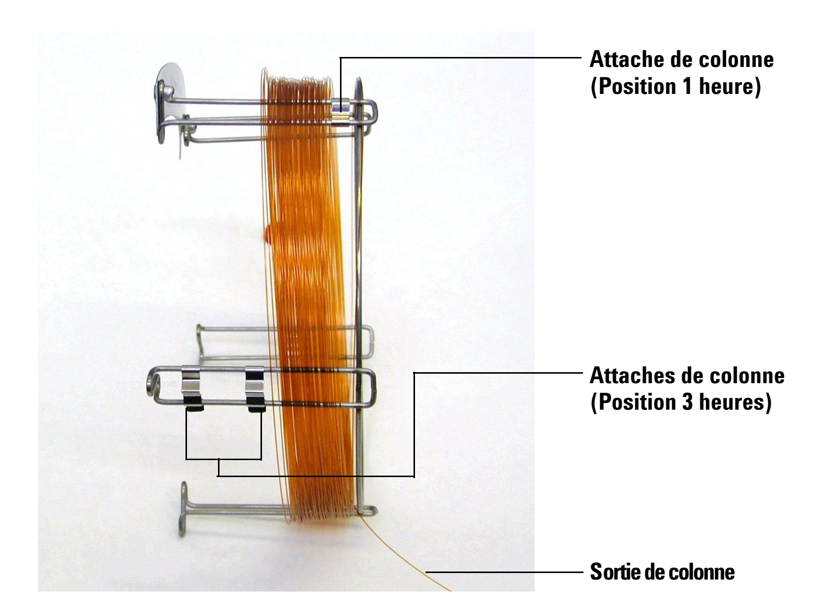


Figure 3 Colonne équipée des attaches

4 Enfiler l'extrémité de sortie de la colonne dans l'attache à 1 heure de sorte que la colonne ait son extrémité dirigée vers l'avant de son support. Voir Figure 4.

ATTENTION Faire très attention de ne pas rayer le revêtement de la colonne.

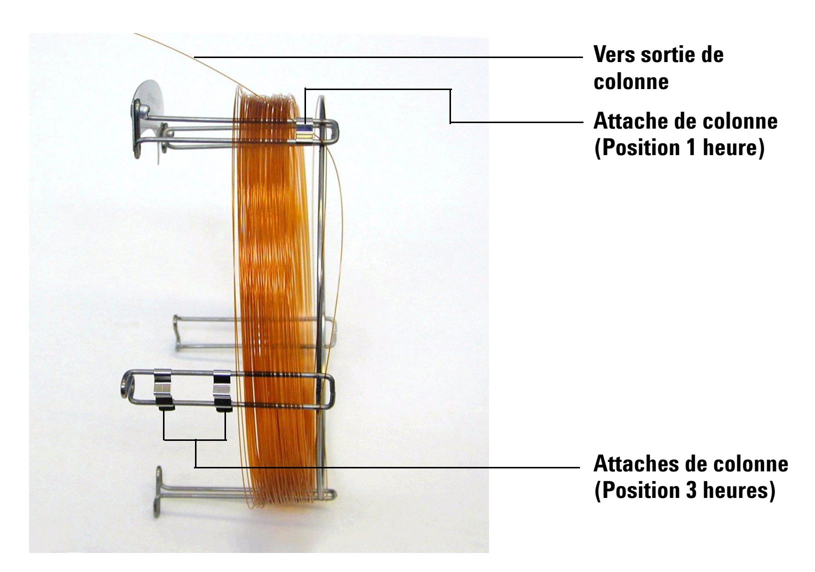


Figure 4 Colonne passée dans l'attache à 1 heure

5 Enfiler ensuite l'extrémité de sortie de la colonne dans les attaches à 3 heures de sorte que la colonne ait son extrémité dirigée vers l'arrière de son support. S'assurer que la partie de colonne située entre les deux attaches NE dépasse PAS de l'étiquette de la colonne. Voir Figure 5.

ATTENTION Faire très attention de ne pas rayer le revêtement de la colonne.

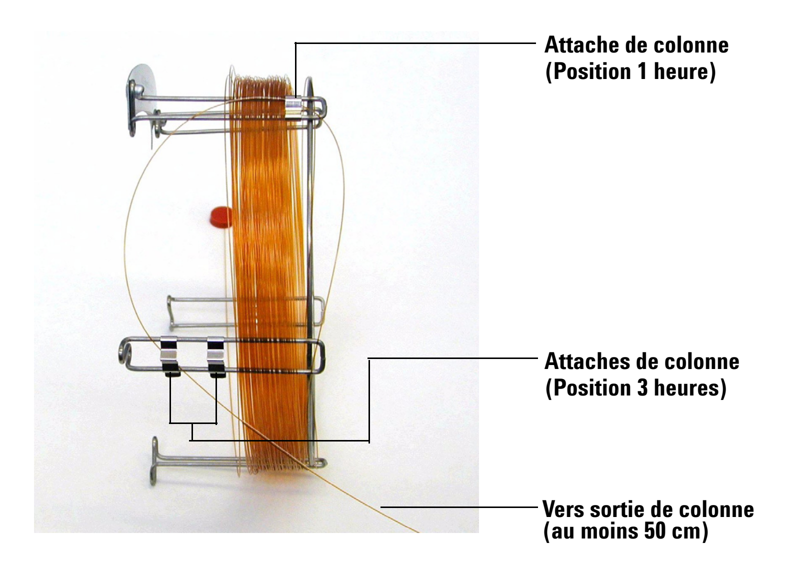


Figure 5 Colonne passée dans l'attache à 3 heures

Il doit y avoir environ 50 cm de colonne libre au-delà de l'attache à 3 heures.

6 Réenrouler avec précaution le reste de l'extrémité de sortie autour du support.

Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

Fournitures nécessaires

- Colonne capillaire
- Coupe-colonne, céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Ferrules
  - 0,27 mm de DI, pour colonnes de 0,10 mm de DI (5062-3518)
  - 0,37 mm de DI, pour colonnes de 0,20 mm de DI (5062-3516)
  - 0,40 mm de DI, pour colonnes de 0,25 mm de DI (5181-3323)
  - 0,5 mm de DI, pour colonnes de 0,32 mm de DI (5062-3514)
  - 0,8 mm de DI, pour colonnes de 0,53 mm de DI (5062-3512)
- Gants propres
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Écrou de colonne côté injecteur (5181-8830 pour Agilent 7890A, 6890 et 7820A, ou 5183-4732 pour 6850)
- Loupe
- Septum (p. ex. septum usagé d'injecteur)

Procédure

1 Enfiler l'extrémité libre de la colonne à travers un septum, un écrou de colonne et une ferrule conditionnée (Figure 6). Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'extérieur de l'écrou de colonne.

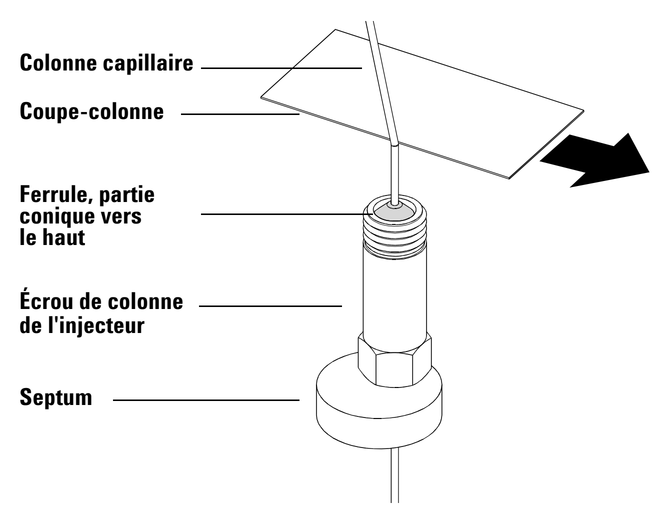


Figure 6 Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

2 Utiliser le coupe-colonne pour rayer la colonne à 2 cm de la fin.
3 Casser l'extrémité de la colonne. Maintenir la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce. Casser la colonne sur l'arête du coupe-colonne.
4 Vérifier la netteté de la cassure et l'absence de bavures. Si la cassure n'est pas franche ou si elle est inégale, recommencer les étapes 2 et 3.
5 Essuyer l'extérieur de l'extrémité libre de la colonne avec un chiffon non pelucheux imbibé de méthanol.

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division

Fournitures nécessaires

- Gants propres
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Règle métrique
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

Pour l'installation de colonne dans d'autres types d'injecteurs, consulter le manuel d'utilisation du chromatographe correspondant.

Procédure



1 Préparer la colonne pour l'installation (page 39).
2 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 4 à 6 mm de l'extrémité de la ferrule (Figure 7).

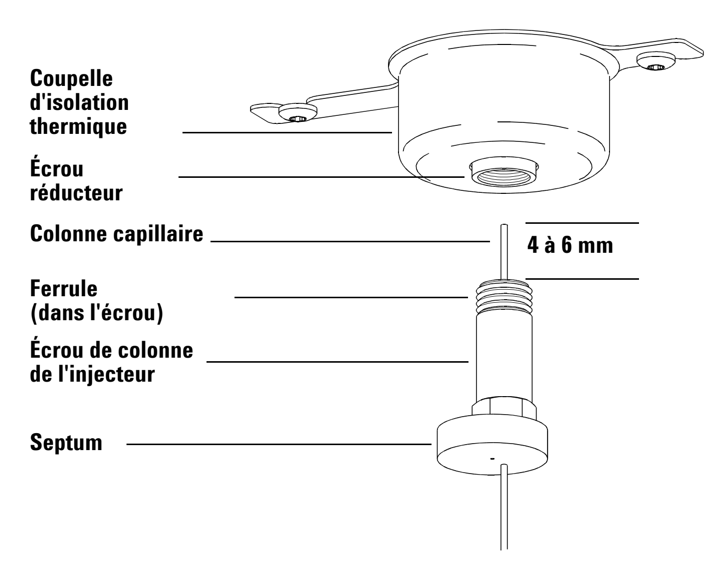


Figure 7 Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division

3 Faire glisser le septum de sorte que l'écrou et la ferrule soient à la bonne position.

4 Insérer la colonne dans l'injecteur.

5 Remonter l'écrou le long de la colonne vers la base de l'injecteur et le serrer à la main.

6 Rectifier la position de la colonne de sorte que le septum vienne toucher le bas de l'écrou de colonne.

7 Avec une clé, donner 1/4 à 1/2 de tour supplémentaire à l’écrou. Une traction modérée sur la colonne ne doit pas la faire glisser.

8 Ouvrir le gaz vecteur.

9 Contrôler la présence d'un débit en plongeant l'extrémité libre de la colonne dans de l'isopropanol. Des bulles doivent apparaître.

Conditionnement d'une colonne capillaire

Fournitures nécessaires

- Gaz vecteur, (pureté minimale de 99,9995 %)
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

AVERTISSEMENT

Ne pas conditionner la colonne capillaire sous hydrogène. L'accumulation d'hydrogène dans le four du CPG entraîne un risque d'explosion. Si l'hydrogène doit être utilisé comme gaz vecteur, commencer par conditionner la colonne sous gaz inerte ultrapur (99,999 % ou mieux) comme l'hélium, l'azote, ou l'argon.

Procédure



1 Insérer la colonne dans l'injecteur CPG (page 41).
2 Laisser le gaz vecteur circuler dans la colonne pendant 5 minutes sans chauffer le four du CPG.
3 Faire monter la température du four à 5 °C/minute jusqu'à 10 °C au-dessus de la température d'analyse la plus élevée prévue.
4 Une fois que la température du four est au-dessus de 80 °C, injecter 5 µl de méthanol dans le CPG. Réitérer cette manœuvre à deux reprises et à 5 minutes d'intervalle. Cela aide à débarrasser la colonne de toute contamination avant de l'installer dans l'interface CPG/DDM.

ATTENTION

Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne dans l'interface CPG/DDM, le four du CPG et l'injecteur.

5 Maintenir cette température. Laisser le gaz vecteur circuler dans la colonne pendant plusieurs heures.
6 Baisser la température du four du CPG à une valeur d'attente.

Voir aussi

Pour plus d'informations sur l'installation d'une colonne capillaire, consulter la note d'application intitulée *"Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis" (Optimisation des injections sans division sur CPG pour des analyses SM à haute performance)*, publication numéro 5988-9944EN.

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM

Agilent 7890A et 7820A, et CPG 6890

Fournitures nécessaires

- Coupe-colonne, céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Ferrules
  - 0,3 mm de DI, pour colonnes de 0,10 mm de DI (5062-3507)
  - 0,4 mm de DI, pour colonnes de 0,20 et 0,25 mm de DI (5062-3508)
  - 0,5 mm de DI, pour colonnes de 0,32 mm de DI (5062-3506)
  - 0,8 mm de DI, pour colonnes de 0,53 mm de DI (5062-3512)
- Torche électrique
- Loupe
- Gants propres
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Écrou de colonne d'interface (05988-20066)
- Lunettes de sécurité
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

ATTENTION Remarquer que la procédure d'installation des colonnes dans le DDM série 5975 diffère de celle des DDM précédents. L'utilisation de la procédure d'un autre instrument peut donner une faible sensibilité et endommager le DDM.

Procédure

1 Conditionner la colonne (page 43).

2 Mettre le DDM à l'air (page 78) et ouvrir l'enceinte de l'analyseur (page 89). Vérifier que l'extrémité de l'interface CPG/DDM est visible.



3 Si l'interface CI est installée, retirer le cône d'étanchéité à ressort de l'extrémité de l'interface côté DDM.

4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'intérieur de l'écrou.

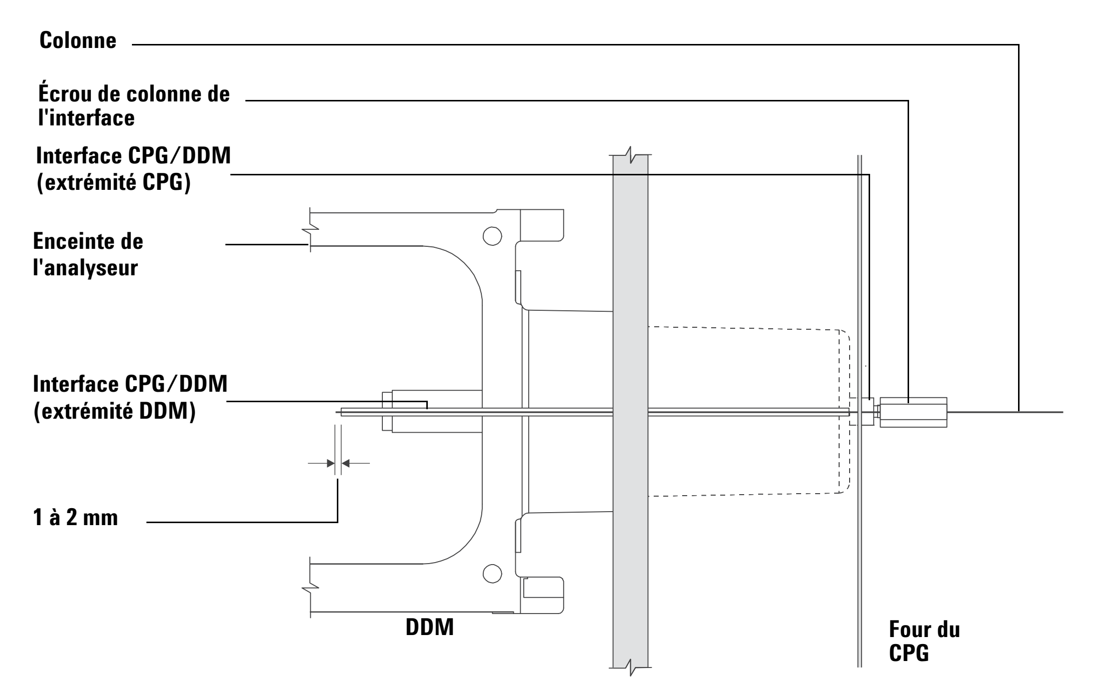


Figure 8 Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM

5 Enfiler la colonne dans l'interface CPG/DDM (Figure 8) jusqu'à ce qu'on puisse la tirer du côté enceinte de l'analyseur.

6 Casser la colonne à 1 cm de son extrémité (page 34). Ne pas faire tomber de fragments de colonne dans l'enceinte de l'analyseur. Ils pourraient endommager la pompe secondaire.

7 Nettoyer l'extérieur de l'extrémité libre de la colonne avec un chiffon non pelucheux imbibé de méthanol.

8 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 1 à 2 mm de l'extrémité de la ferrule.

   Utiliser le cas échéant la torche et la loupe pour observer l'extrémité de la colonne à l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur. ***Ne pas*** tenter de détecter au toucher l'extrémité de la colonne.

9 Serrez l'écrou de colonne à la main. S'assurer que le serrage de l'écrou ne modifie pas la position de la colonne. Remettre le cône d'étanchéité à ressort à l'extrémité de l'interface s'il a été retiré précédemment.

10 Vérifier que la colonne CPG ne touche pas les parois du four.



11 Resserrer l'écrou d'1/4 à 1/2 tour supplémentaire. Contrôler le serrage après un ou deux cycles de chauffage.

CPG 6850

1 Dérouler avec précaution l'extrémité de sortie de la colonne CPG jusqu'à l'attache à 3 heures.

2 Enfiler un écrou de colonne d'interface (référence 05988-20066) et une ferrule (référence 5062-3508) sur l'extrémité libre de la colonne CPG.

   Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'intérieur de l'écrou.

3 Enfiler la colonne dans l'interface CPG/DDM jusqu'à ce qu'elle ressorte dans l'enceinte de l'analyseur d'au moins 5 cm.

4 Régler la longueur de la colonne entre l'attache à 3 heures et l'arrière de l'écrou de colonne de l'interface à 22 à 28 cm. Cf. Figure 9.

5 Serrer l'écrou de colonne de l'interface à la main.

6 Fermer la porte du four avec précaution en s'assurant que la colonne ne subit pas de courbure exagérée ni ne touche les parois ou le fond du four. Faire la manœuvre plusieurs fois.

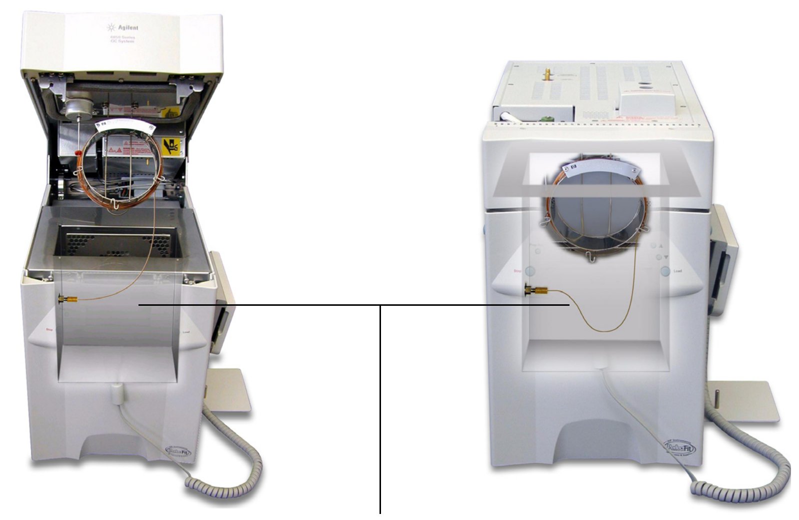


Figure 9 Four avec porte ouverte et porte fermée.

7 Desserrer l'écrou d'interface et pousser la colonne de 3 à 5 cm supplémentaires dans l'enceinte de l'analyseur.

8 Effectuer une coupe bien nette de la colonne de façon à ce qu'il ne reste que 3 à 5 cm qui dépasse dans l'enceinte de l'analyseur.

9 Nettoyer l'extérieur de l'extrémité libre de la colonne avec un chiffon non pelucheux imbibé de méthanol.

10 Réajuster la position de la colonne de sorte qu'elle ne dépasse de l'extrémité de l'interface CPG/DDM que d'1 à 2 mm dans l'enceinte de l'analyseur et serrer l'écrou. Voir Figure 10.

S'assurer que le resserrage de l'écrou ne modifie pas la position de la colonne.

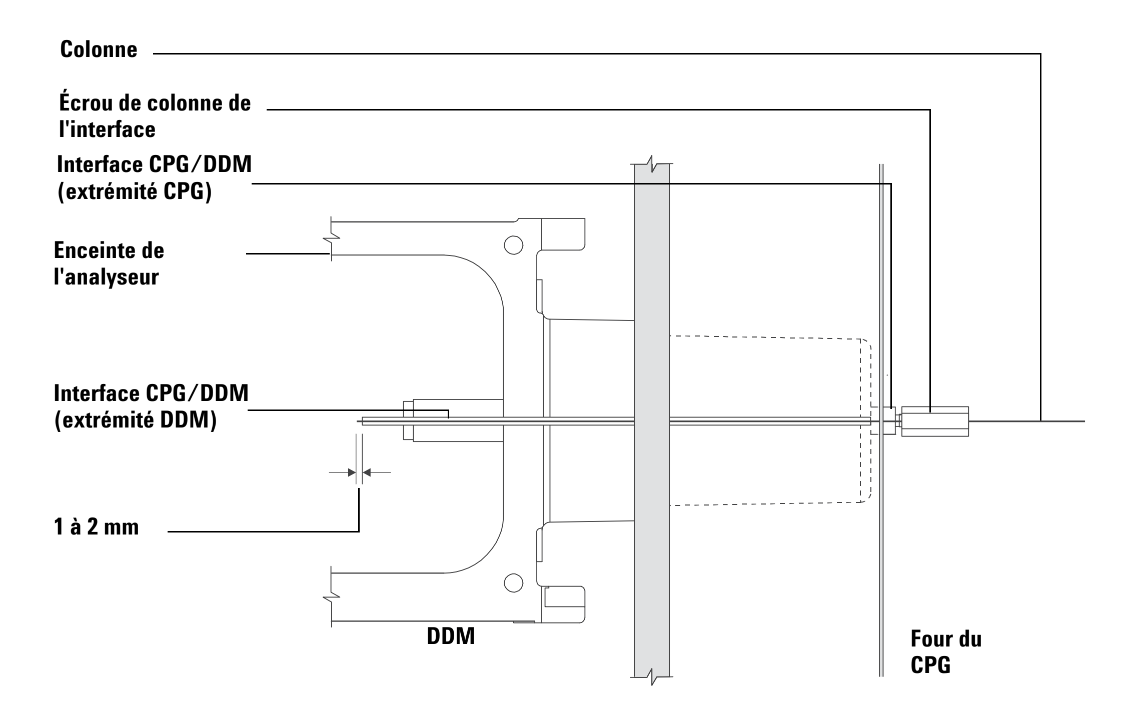


Figure 10 Raccordement colonne CPG-DDM

11 Réitérer l'étape 6 pour s'assurer que la colonne ne risque pas d'être endommagée.

12 Avec une clé plate d'1/4 de pouce, redonner 1/4 à 1/2 tour de serrage à l'écrou d'interface.

Contrôler le serrage après un ou deux cycles de chauffage.

13 Mettre le CPG sous tension.

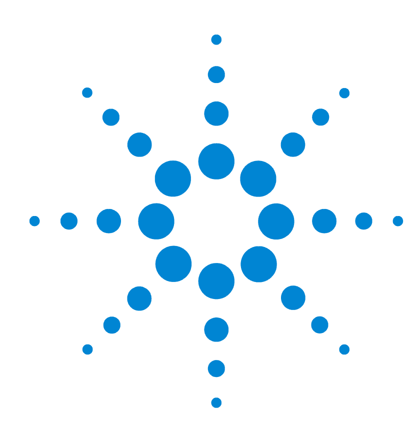
14 Vérifier que la consigne de température de l'injecteur est de 25 °C.

15 Refermer la plaque latérale de l'analyseur puis reconnecter les câbles d'alimentation de la source et de commande de la carte latérale.

16 Mettre le DDM en marche (interrupteur secteur) pour lancer l'évacuation de l'enceinte.

Appuyer sur la plaque latérale du DDM pour favoriser l'étanchéité initiale du joint. Vérifier que la pompe primaire et le ventilateur avant se mettent en marche et que la pompe primaire cesse d'émettre des gargouillis dans la minute qui suit.

17 Remettre le panneau supérieur de l'analyseur DDM en place.



3
Fonctionnement en mode impact électronique (EI)

Exploitation du DDM depuis le système d'acquisition de données 51
Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP) 51
Messages d'état du LCP 53
Menus LCP 55
Interface CPG/DDM EI 59
Avant de mettre le DDM en marche 61
Mise sous vide 62
Commande des températures 62
Commande du débit de la colonne 63
Mise à l'air du DDM 64
Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel 65
Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD 67
Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control » 70
Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD 67
Pour surveiller la pression du vide secondaire 73
Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne 75
Pour régler le MSD en mode EI 78
Pour vérifier les performances du système 80
Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977) 81
Dépose des capots du DDM 84
Mise à la pression atmosphérique du MSD 86
Ouverture de l'enceinte de l'analyseur 89
Fermeture de l'enceinte de l'analyseur 92
our mettre le MSD sous vide en mode EI 96
Transport et entreposage du DDM 98
Réglage de la température de l'interface CPG/DDM depuis le CPG 100



Description de quelques-unes des procédures d'exploitation de base du DDM.

ATTENTION

Le logiciel et les microprogrammes sont régulièrement révisés. Si les étapes des procédures décrites ici ne sont pas en accord avec le logiciel "ChemStation MSD", consulter les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel pour obtenir des informations à jour et détaillées.

Exploitation du DDM depuis le système d'acquisition de données

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent permet d'automatiser des tâches telles que la mise sous vide, la dépose de la source, la surveillance des paramètres, le réglage des températures et la ventilation du MSD. Ces tâches sont décrites dans le présent chapitre. Des informations supplémentaires sont présentées en détail dans les manuels et dans l'aide en ligne du logiciel MassHunter Workstation Agilent.

Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP)

Le tableau de commande local (LCP) affiche l'état du MSD ou démarre une tâche sur le MSD sans passer par le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent.

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent peut être situé n'importe où sur le réseau local (LAN) du site et par conséquent, il se peut que le logiciel d'acquisition de données soit très éloigné de l'instrument. Étant donné que le LCP communique avec le logiciel d'acquisition de données via le LAN, l'utilisateur peut accéder aux fonctions du logiciel d'acquisition de données, par exemple le réglage ou le démarrage d'une analyse depuis le MSD. Il n'existe que certaines fonctionnalités disponibles depuis le tableau de commande local (LCP). Le logiciel d'acquisition de données constitue un véritable centre de contrôle de la plupart des fonctions de l'instrument.

Modes de fonctionnement

Le LCP possède deux modes de fonctionnement : Status et Menu.

Le mode statique *Status* ne nécessite aucune action particulière et affiche simplement l'état de l'instrument DDM ou ses diverses connexions de communication. En sélectionnant [**Menu**], puis [**No/Cancel**], on retourne au mode d'état Status.

Le mode *Menu* permet d'émettre des requêtes sur diverses fonctions du CPG/DDM et de lancer certaines actions comme l'exécution d'une méthode ou d'une séquence ou de préparer le système à la mise à l'air.

Pour accéder à une option de menu donnée :

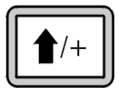


Appuyer sur [**Menu**] jusqu'à l'apparition du menu souhaité.

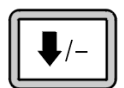


Appuyer sur [**Item**] jusqu'à l'apparition de la rubrique de menu souhaitée.

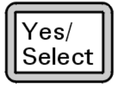
Utiliser ensuite une ou plusieurs des touches suivantes en réponse aux diverses invites de l'appareil ou choisir une option :



Utiliser la flèche vers le haut pour augmenter la valeur affichée ou défiler vers le haut (comme dans une liste de messages).



Utiliser la flèche vers le bas pour diminuer la valeur affichée ou défiler vers le bas (comme dans une liste de messages).



Utiliser [**Yes/Select**] pour accepter la valeur en cours.



Utiliser [**No/Cancel**] pour retourner au mode d'état Status.

Une fois la sélection effectuée, ou si tous les menus disponibles ont été parcourus, l'affichage revient automatiquement au mode d'état Status.

En appuyant sur [**Menu**], puis sur [**No/Cancel**], on retourne toujours au mode d'état.

En appuyant sur [**No/Cancel**] deux fois, on retourne toujours au mode d'état.

Messages d'état du LCP

Les messages suivants peuvent s'afficher sur l'écran du LCP pour informer l'utilisateur de l'état du système MSD. Si le LCP est à cet instant en mode Menu, parcourir les menus disponibles pour retourner au mode Status. Aucun message ne s'affiche si aucune session d'instrument en ligne n'est ouverte dans le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

ChemStation Loading <timestamp>

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent est en cours de démarrage.

Executing <type>tune

Exécution type réglage - Une procédure de réglage est en cours (type = QuickTune ou Autotune).

Instrument Available <timestamp>

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent n'est pas en cours d'exécution.

Loading Method <method name>

Chargement méthode - Les paramètres de la méthode sont en cours de téléchargement sur le DDM.

Loading MSD Firmware

Chargement microprogramme DDM - Le microprogramme du DDM est en cours d'initialisation.

Si le DDM *N'A PAS* terminé correctement sa séquence de démarrage, les messages ci-après apparaissent en remplacement sur le LCP :

Server not Found (Serveur introuvable)
Check LAN Connection (Vérifier les connexions LAN)

Seeking Server (Recherche de serveur en cours)
Bootp Query xxx (Requête Bootp xxx)

Ces messages indiquent que le MSD n'a pas reçu son adresse IP unique du service Windows. Si ces messages persistent après que l'utilisateur a ouvert une session sous son nom de compte dans le programme d'acquisition de données MassHunter, voir la section consacrée aux diagnostics de pannes « Troubleshooting » du manuel d'installation du logiciel.

Loading OS

Chargement OS - Le système d'exploitation est en cours de chargement sur le contrôleur de l'instrument.

<method> Complete <timestamp>

Méthode exécutée - Les analyses et le traitement des données recueillies sont terminés. Ce même message apparaît même si l'analyse s'est terminée prématurément.

Method Loaded <method name>

Méthode chargée - Les paramètres de la méthode sont téléchargés dans le DDM.

MS locked by <computer name>

Les paramètres SM ne peuvent être modifiés que depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Press Sideplate

Appuyer sur la plaque latérale - Rappel pendant le démarrage : il faut appuyer sur la plaque latérale du DDM pour assurer l'étanchéité initiale pour l'évacuation du système.

Run: <method> Acquiring <datafile>

Une analyse est en cours ; les données sont en cours d'acquisition selon la méthode stipulée et sont enregistrées dans le fichier indiqué.

Affichage de l'état du système pendant le démarrage

1 Les messages ci-après s'affichent sur l'écran du LCP pendant le démarrage :
   - **Press sideplate (Appuyer sur la plaque latérale)**
   - **Loading OS (Chargement OS en cours)**
   - **Press sideplate (Appuyer sur la plaque latérale)**
   - **Loading MSD Firmware (Chargement microprogramme DDM)**
2 Continuer à appuyer sur la plaque latérale du DDM jusqu'à l'affichage du message de disponibilité du DDM **MSD Ready**. L'instrument évacue ainsi plus rapidement l'enceinte de l'analyseur.

Menus LCP

Pour accéder à une option donnée d'un menu, appuyer sur [**Menu**] jusqu'à faire apparaître le menu souhaité, puis appuyer sur [**Item**] jusqu'à faire apparaître la rubrique de menu souhaitée. Les Tableau 2 à Tableau 7 répertorient les menus et rubriques disponibles.

NOTE

De nombreuses rubriques de menu, en particulier sur la ChemStation, les paramètres du spectromètre de masse MS Parameters et les menus de maintenance n'ont aucun effet pendant que le système est en train d'acquérir des données.

Tableau 2 Menu ChemStation

Action	Description
Run Method	Exécuter la méthode - Affiche le nom de la méthode en cours et démarre l'analyse.
Run Sequence	Exécuter la séquence - Affiche la séquence en cours et démarre l'exécution.
Run Current Tune	Exécuter le réglage en cours - Affiche le nom du fichier de réglage en cours et démarre un autoréglage (seulement en mode EI- Le réglage CI doit être démarré à partir du logiciel d'acquisition de données MassHunter).
# of Messages	Nombre de messages - Affiche combien de messages sont en attente et le texte du plus récent. Les flèches au clavier permettent de parcourir les différents messages (20 max.).
Release ChemStation	Met fin à l'association entre le logiciel d'acquisition de données MassHunter et le MSD.
Connection Status	État de la connexion - Indique l'état de la connexion du DDM sur le réseau local. "Remote" (Commande à distance) signifie qu'une session en ligne du DDM est ouverte sur la ChemStation CPG/DDM. "Local" signifie qu'aucune session en ligne du DDM n'est ouverte sur la ChemStation CPG/DDM.

Tableau 2 Menu ChemStation (suite)

Action	Description
Name of Instrument	Affiche la dénomination de l'appareil et indique s'il est connecté à une session en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter. Le nom de l'instrument est celui attribué au MSD dans la boîte de dialogue de configuration du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 3 Menu Maintenance

Action	Description
Prepare to vent	Préparer la mise à l'air - Rappelle à l'utilisateur d'arrêter le CPG puis de préparer l'instrument pour le mettre à la pression atmosphérique lorsqu'on appuie sur [**Yes/Select**].
Pump Down	Mise sous vide - Initialise la séquence d'évacuation du DDM.

Tableau 4 Menu des paramètres SM "MS Parameters"

Action	Description
High Vacuum Pressure	Pression secondaire - Seulement si la micro-jauge à vide à ionisation est installée.
Turbo Pump Speed	Vitesse de la pompe turbo - Affiche le régime de rotation de la pompe en pourcentage du régime nominal.
Foreline Pressure	Pression primaire - Affiche la pression du circuit de vide primaire.
MSD Fault Status	État des défauts DDM - Affiche en format décimal "dec" et hexadécimal "hex" un nombre récapitulatif des codes de défaut qui rassemble toutes les combinaisons de défaillances possibles.
Ion Source Temp, °C	Temp. de la source en °C - Permet d'afficher la température de la source et de saisir la consigne.
Mass Filter Temp, °C	Temp. du filtre de masses en °C - Permet d'afficher la température du filtre de masse et de saisir la consigne.
CI Reagent	Gaz réactif CI - S'il est installé, affiche le nom du gaz réactif et son débit.

NOTE

Il n'est pas possible de modifier les paramètres SM depuis le LCP si le MSD a ouvert une session du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 5 Menu réseau "Network"

Action	Description
MSD IP via BootP	Affiche l'adresse IP du DDM.
Gateway IP Address	Affiche l'adresse IP de la passerelle DDM.
Subnet Mask	Affiche le masque de sous-réseau du DDM.
ChemStation IP	Affiche l'adresse de l'acquisition des données MassHunte
GC IP Address	Affiche l'adresse IP du CPG.
Ping gateway	Contrôle la communication avec la passerelle.
Ping ChemStation	Contrôle la communication avec le logiciel d'acquisition de données MassHunter.
Ping GC	Contrôle la communication avec le CPG.
MS Controller MAC	Affiche l'adresse MAC de la "SmartCard" du DDM.

Tableau 6 Menu "Version"

Action	Description
Control firmware	Contrôler le microprogramme - Affiche la version du microprogramme du DDM.
Operating system	Affiche la version du système d'exploitation du logiciel d'acquisition de données MassHunter.
Front panel	Panneau avant - Affiche la version du LCP.
Log amplifier	Amplificateur logarithmique - Affiche la version de l'amplificateur.
Sideboard	Carte latérale - Affiche le type de la carte latérale.
Mainboard	Carte mère - Affiche le type de la carte mère.
Serial number	Attribué au MSD dans la boîte de dialogue de configuration du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 7 Menu de la carte réseau "Controller"

Action	Description
Reboot controller	Réinitialiser le contrôleur - Redémarre la carte réseau LAN/MS.
Test LCP?	Tester le LCP ? - Permet de lancer un test de diagnostic de l'affichage à deux lignes.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Tester la liaison HTTP vers la ChemStation CPG/DDM ? - Permet de lancer un test de l'état du serveur HTTP.

Interface CPG/DDM EI

L'interface CPG/DDM (Figure 11) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du DDM. Elle est boulonnée sur le côté droit de l'enceinte de l'analyseur, un joint torique assure l'étanchéité. Elle est recouverte par une protection qui doit rester en place.

Une extrémité de l'interface CPG/SM passe à travers la paroi latérale du CPG et pénètre jusque dans le four. Cette extrémité est filetée afin de pouvoir y raccorder la colonne capillaire au moyen d'un écrou et d'une ferrule. L'autre extrémité de l'interface s'adapte sur la source d'ions. Les deux derniers 1 à 2 millimètres de colonne capillaire dépassent de l'extrémité du tube de guidage et émergent à l'intérieur de la source.

Une cartouche électrique chauffe l'interface CPG/DDM. Normalement, le chauffage de l'interface CPG/DDM est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux #2 du CPG. Pour les CPG de la série 6850, le chauffage est raccordé sur la zone chauffée auxiliaire. Pour les CPG de la série 7820A, le chauffage est connecté à la zone chauffée de l'injecteur arrière (modèles à un seul injecteur) ou à la zone chauffée de la valve manuelle (modèles à deux injecteurs). La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter. Une sonde (thermocouple) permet de suivre la température de l'interface.

La plage de température recommandée de l'interface CPG/SM est de 250 ° à 350 °C. Restriction : la température devrait toujours être légèrement plus élevée que la température maximale du four, mais ne doit ***jamais*** être plus élevée que la température maximale de la colonne.

L'interface CPG/DDM EI est utilisable uniquement avec la source EI. En revanche, l'interface CPG/DDM CI est utilisable sur les deux sources.

Voir aussi

“Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM” .


AVERTISSEMENT

L'interface CPG/DDM fonctionne à haute température. Tout contact avec l'interface chaude entraîne une brûlure.

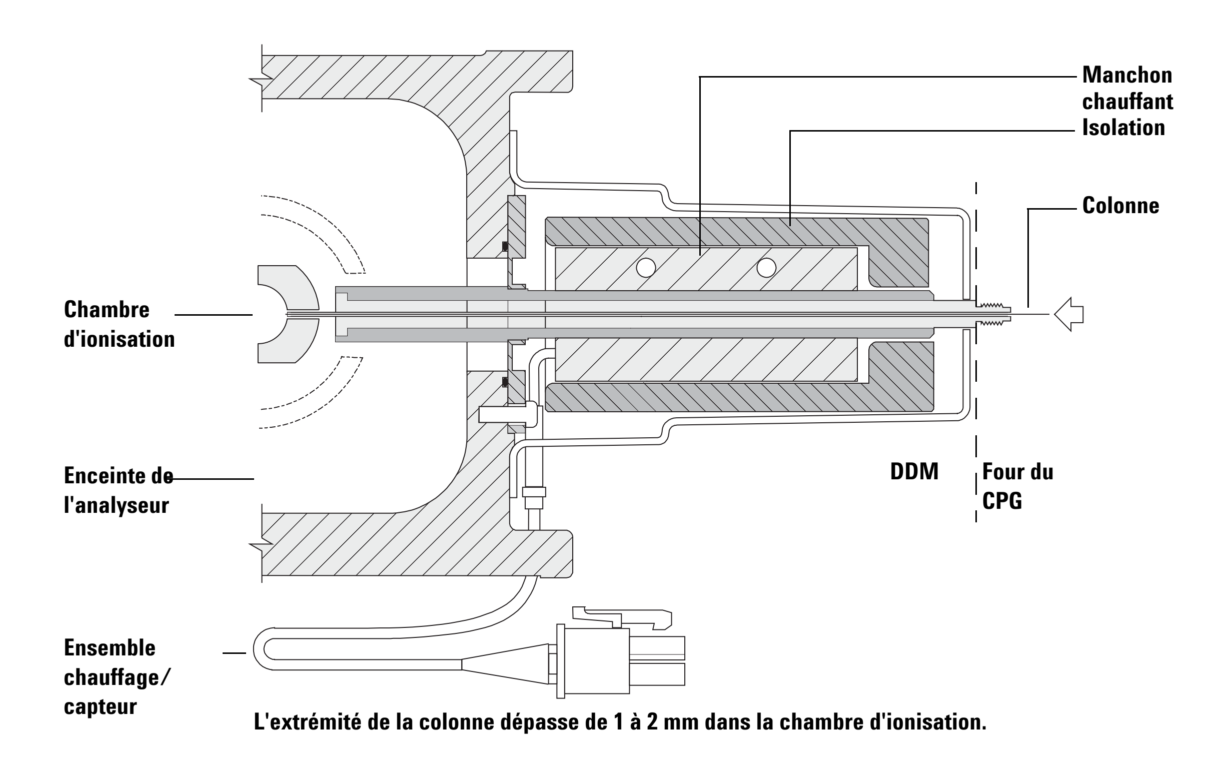


Figure 11 Interface CPG/DDM EI

Avant de mettre le DDM en marche

Vérifier les points ci-dessous ***avant*** de mettre en marche le DDM et d'essayer de l'utiliser.



- La vanne de mise à l'air doit être fermée (bouton tourné complètement dans le sens des aiguilles d'une montre).
- Toutes les autres surfaces d'étanchéité et les raccords doivent être positionnés et serrés correctement. (La vis avant du panneau latéral ne doit pas être serrée sauf si un gaz vecteur ou réactif dangereux est utilisé.)
- Le DDM doit être raccordé sur une alimentation avec prise de terre câblée.
- L'interface CPG/DDM pénètre dans le four du CPG.
- Une colonne capillaire conditionnée est installée dans l'injecteur du CPG et dans l'interface CPG/DDM.
- Le CPG est en marche, mais les zones chauffées de l'interface CPG/DDM, de l'injecteur et du four CPG sont coupées.
- Un gaz vecteur d'une pureté minimale de 99,9995 % est raccordé au CPG avec les pièges recommandés.
- Si l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit de gaz doit être coupé et la vis moletée avant de la plaque latérale doit être serrée légèrement.
- Les rejets de la pompe primaire sont évacués correctement.

AVERTISSEMENT

Les rejets de la pompe primaire contiennent des solvants et les produits chimiques qui sont analysés. Si la pompe primaire standard est utilisée, les rejets contiennent également des traces d'huile de pompe. Si des solvants toxiques sont utilisés ou si des composés toxiques sont analysés, il faut retirer le piège à huile (pompe standard) et installer un tuyau (11-mm de DI) pour évacuer les rejets de la pompe primaire à l'extérieur dans une hotte aspirante. Contrôler que l'installation est conforme à la réglementation locale. Le piège fourni avec la pompe primaire standard ne retient que l'huile de pompe primaire. Il ne piège ni ne filtre les produits chimiques toxiques.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le DDM et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le DDM et fait naître un risque d'explosion. Lire la rubrique “Précautions relatives à l'hydrogène” avant de faire fonctionner le DDM avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Mise sous vide

Le système d'acquisition de données et le tableau de commande local (LCP) facilitent la séquence d'évacuation du DDM. La séquence est en grande partie automatisée. Une fois la vanne de mise à l'air fermée, mettre l'interrupteur principal en position marche (tout en appuyant sur la plaque latérale avant), le DDM poursuit alors seul la séquence. Le logiciel du système de données surveille la séquence et affiche l'état du système pendant la phase d'évacuation. Une fois la pression suffisamment basse, le programme met les chauffages de la source et du filtre de masse en marche et invite l'utilisateur à mettre le chauffage de l'interface CPG/SM en marche. Le DDM s'arrête de lui-même s'il ne peut pas effectuer la séquence d'évacuation correctement.

À l'aide des menus ou de la surveillance SM, le système informatique peut afficher :

- le régime des pompes turbomoléculaires du DDM (vitesse de rotation en pourcentage),
- la pression primaire de la pompe à diffusion du DDM,
- la pression de l'enceinte de l'analyseur (le vide) sur les DDM équipés du contrôleur de micro-jauge à ionisation G3397A (en option).

Le LCP est également capable d'afficher ces données.

Commande des températures

Les températures des zones chauffées du DDM sont commandées par le système informatique. Le DDM est équipé de chauffage et de sondes de température indépendants pour la source et le filtre de masse à quadripôle. Il est possible de modifier les consignes et d'afficher les températures à partir du système de données ou depuis le tableau de commande local (LCP).

Normalement, le chauffage de l'interface CPG/DDM est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux #2 du CPG. Pour les CPG de la série 6850, le chauffage est raccordé sur la zone chauffée auxiliaire. Pour les CPG de la série 7820, le chauffage est connecté à la zone chauffée de l'injecteur arrière (modèles à un seul injecteur) ou à la zone chauffée de la valve manuelle (modèles à deux injecteurs). La température de l'interface CPG/SM est réglable depuis le système de données ou depuis le CPG.

Commande du débit de la colonne

Le débit de gaz vecteur est commandé par la pression en tête de colonne du CPG. Pour une pression de tête déterminée, le débit décroît lorsque la température du CPG augmente. Avec la régulation électronique des gaz (EPC) et le mode de la colonne réglé sur débit constant **Constant Flow**, le débit de la colonne reste identique quelle que soit la température.

Le DDM peut être utilisé pour mesurer le débit instantané de la colonne. En injectant une ***petite*** quantité d'air ou d'un composé chimique non retenu et en chronométrant le temps nécessaire pour que ce produit parvienne au DDM. Cette mesure de temps permet de calculer le débit de la colonne. Voir page 75.

Mise à l'air du DDM

Un programme du système de données guide l'utilisateur pendant la séquence de mise à l'air. Il coupe les chauffages du CPG et du DDM ainsi que le chauffage de la pompe à diffusion ou la pompe turbo au moment voulu. Il permet également à l'utilisateur de surveiller les températures du DDM et indique à quel moment on peut ouvrir la vanne de mise à l'air.

Le DDM ***sera*** endommagé si la séquence n'est pas observée. Si le système est mis à l'air avant que la pompe à diffusion ne soit complètement refroidie, il se produit une remontée de vapeur d'huile de la pompe dans l'enceinte d'analyse du DDM. Une pompe turbo sera endommagée si elle est mise à l'air tandis que sa vitesse est de plus de 50 % de sa vitesse nominale de fonctionnement.

AVERTISSEMENT

Vérifier que les zones de l'interface CPG/DDM et de l'analyseur sont refroidies (au dessous de 100 °C) avant de mettre le DDM à l'air. Une température de plus de 100 °C est suffisante pour brûler la peau. Toujours porter des gants pour manipuler les pièces de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, le couper avant de couper l'alimentation du DDM. Si la pompe primaire est arrêtée, l'hydrogène s'accumule dans le DDM et fait naître un risque d'explosion. Lire la rubrique **“Précautions relatives à l'hydrogène”** **avant de faire fonctionner le DDM avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.**

ATTENTION

Ne jamais mettre le DDM à l'air en laissant entrer de l'air par l'une des extrémités du tuyau de pompe primaire. Utiliser la vanne de mise à l'air ou dévisser l'écrou de colonne et débrancher la colonne.

Ne pas mettre à l'air lorsque la pompe turbo tourne à plus de 50 % de sa vitesse nominale.

Ne pas dépasser le débit gazeux total maximal recommandé. Voir “Modèles et caractéristiques des DDM série 5975” .

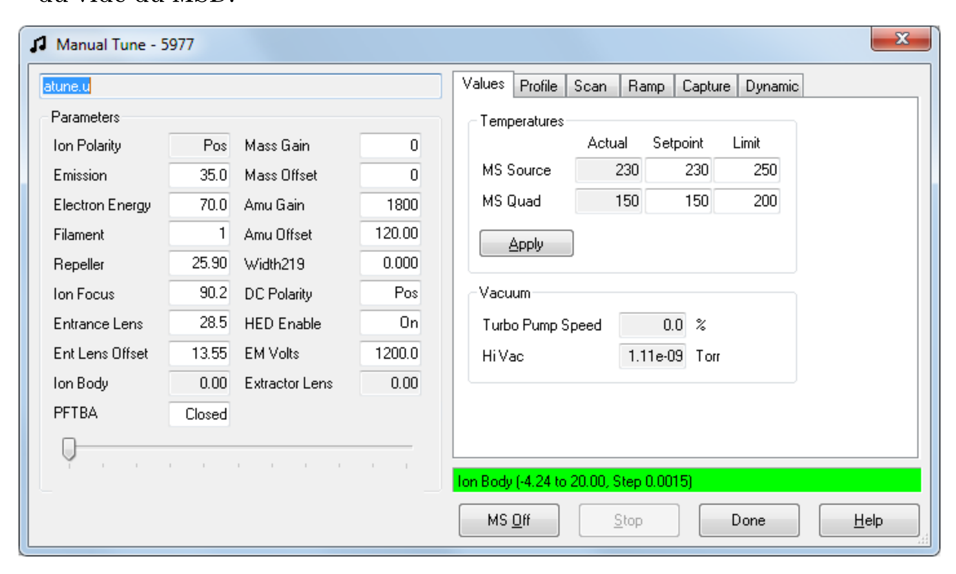
Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel

Pour effectuer cette tâche, il est également possible d'utiliser le tableau de commande local. Voir la section “Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP)” page 51.

Procédure

1 Dans la vue de commande de l'appareil, sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu Instrument.

2 Cliquez sur l'onglet **Values** (Valeurs) pour afficher les températures et l'état du vide du MSD.



3 Pour modifier une **consigne** ou une **limite** de température, entrez les nouveaux paramètres et cliquez sur **Apply** (Appliquer).

À moins que la séquence de mise sous vide soit à peine commencée, selon le modèle de MSD, la pression primaire doit être inférieure à 300 mtorr ou la vitesse de la pompe turbo doit atteindre au moins 80% de sa vitesse nominale. Les chauffages du MSD restent coupés aussi longtemps que selon le modèle, la

pompe à diffusion est froide ou la pompe turbo fonctionne à une vitesse relative de moins de 80%. Normalement et selon le modèle, la pression primaire descend au-dessous de 100 mtorr ou la vitesse de la pompe turbo atteint 100%.

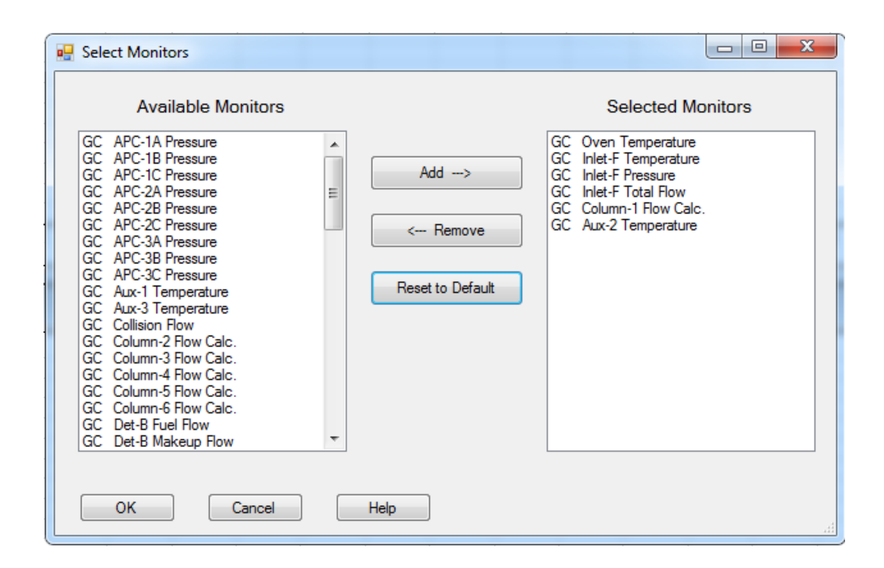
Les chauffages du MSD sont mis en marche à la fin du cycle de mise sous vide et sont coupés au début du cycle de mise à la pression atmosphérique. Les points de consigne affichés restent inchangés pendant les séquences d'évacuation de l'enceinte et de mise à la pression atmosphérique en dépit de la coupure des zones chauffées.

Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD

Une fenêtre de surveillance affiche la valeur en cours d'un paramètre donné de l'instrument. On peut les ajouter à la fenêtre de commande standard de l'instrument. Les fenêtres de surveillance peuvent être programmées pour changer de couleur lorsque le paramètre instantané s'écarte de la consigne d'une quantité déterminée par l'utilisateur.

Procédure

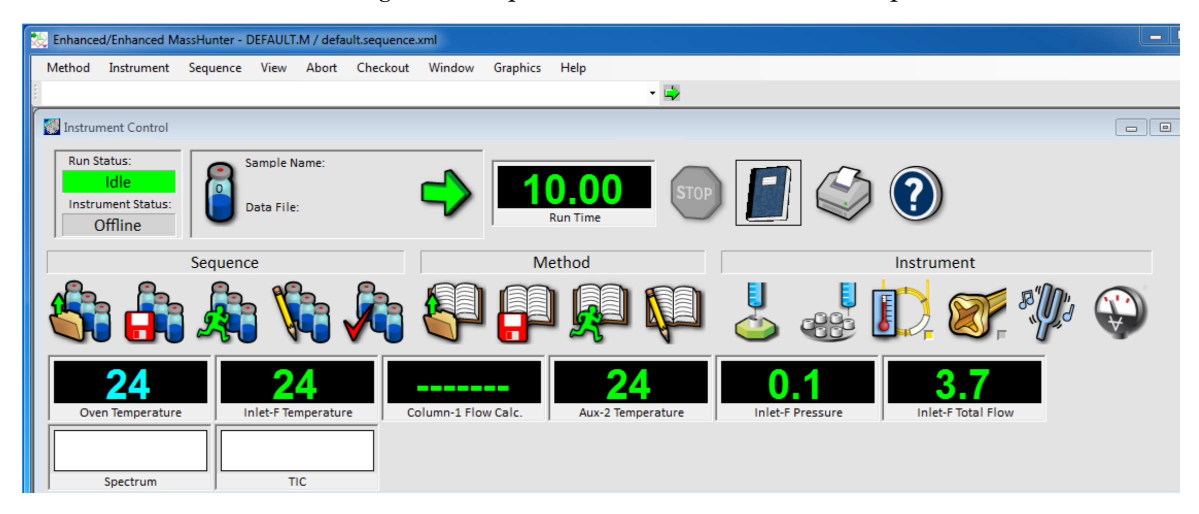
1 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner l'édition des fenêtres de surveillance **Edit Monitors** pour afficher la boîte de dialogue de sélection des fenêtres **Select Monitors** dans le menu **Instrument**.



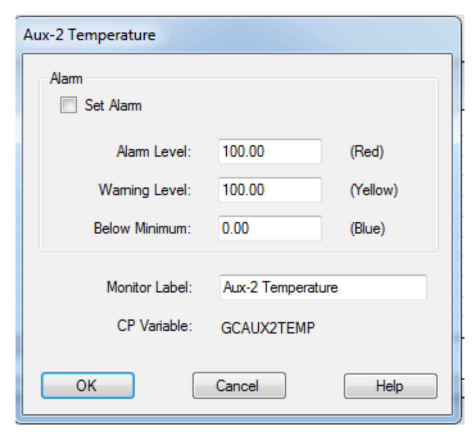
2 Dans la colonne **Available Monitors** (Fenêtres de surveillance disponibles), sélectionner une fenêtre et cliquer sur le bouton **Add** (Ajouter) pour déplacer la sélection dans la colonne **Selected Monitors** (Fenêtres sélectionnées). Répéter l'opération pour les autres moniteurs.

3 Cliquez sur **OK**. Les nouvelles fenêtres de surveillance s'empilent les unes au-dessus des autres, en bas à droite de la fenêtre de commande **Instrument Control**.

4 Sélectionner **Window > Arrange Monitors** (Réorganiser les moniteurs), ou cliquez et faites glisser chaque fenêtre de surveillance sur la position souhaitée.



5 Pour définir l'alarme d'une fenêtre de surveillance, double-cliquez sur une fenêtre de surveillance affichée dans la vue de commande « Instrument Control » pour accéder à la boîte de dialogue de définition des alarmes des fenêtres de surveillance.



a Activez la case à cocher **Set Alarm** (Définition de l'alarme).

b Définissez les valeurs des options **Warning Level** (Niveau d'avertissement), **Alarm Level** (Niveau d'alarme) et **Below Minimum** (Seuil minimal).

c Entrez une description dans le champ **Monitor Label** (Etiquette du moniteur), si l'étiquette par défaut n'est pas correcte.

d Cliquez sur **OK** pour terminer la configuration de l'alarme du moniteur.

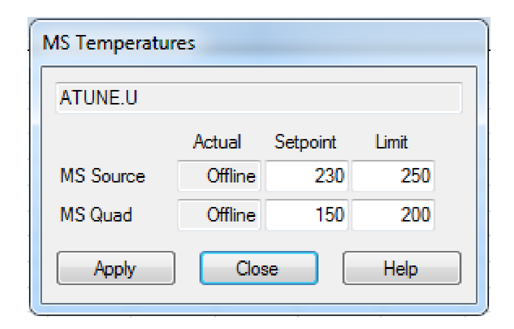
6 Pour intégrer ces nouveaux réglages dans la méthode, enregistrer la méthode.

Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control »

Les consignes de température de la source et du filtre de masse (quad) du MSD sont enregistrées dans le fichier de réglage en cours (*.u). Lorsqu'une méthode est chargée, les consignes du fichier de réglage associé à la méthode sont récupérées automatiquement.

Procédure

1 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner **MS Temperatures** dans le menu **Instrument**.



2 Saisir les températures de **source** et de **quad** (filtre de masse) du spectomètre dans les champs de consigne et de limite **Setpoint** et **Limit**.

Tableau 8 Consignes de températures recommandées

	Mode EI	Mode PCI	Mode NCI
Source SM	230	250	150
Quad SM	150	150	150

Les températures des zones de chauffage de l'interface CPG/MSD, de la source et du quadripôle influent les unes sur les autres. La régulation des températures de l'analyseur peut manquer de précision si la consigne d'une zone est très différente de celle de la zone voisine.

ATTENTION Il ne faut pas dépasser 200 °C pour le quadripôle et 350 °C pour la source.

3 Pour transmettre les nouveaux paramètres de température au fichier de réglage en cours et télécharger ces paramètres dans le MSD, cliquez sur **Apply.**

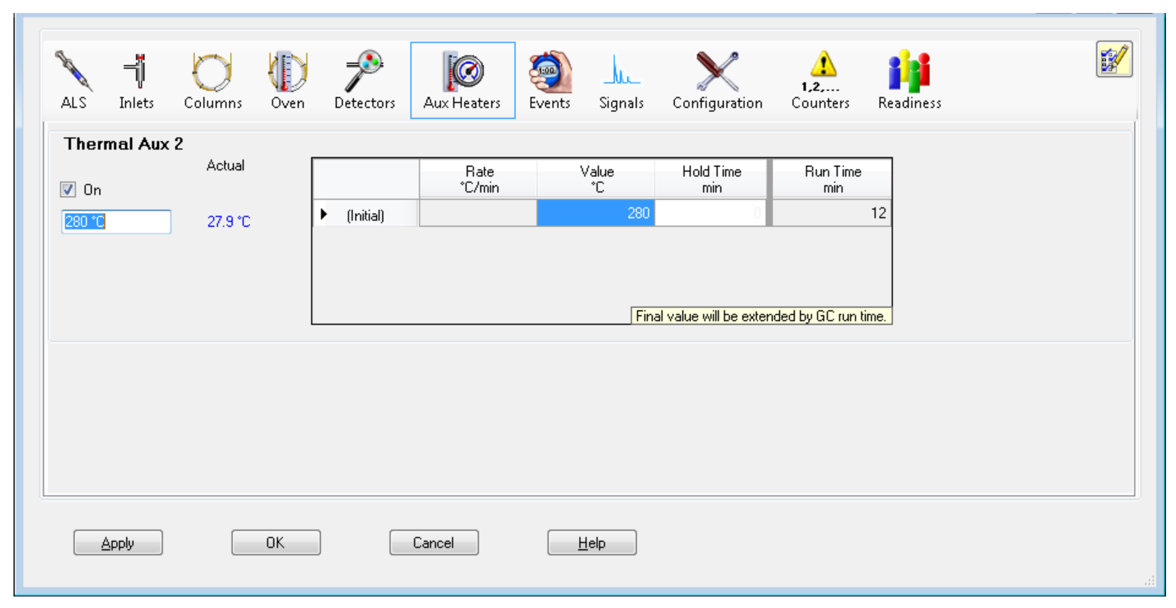
4 Cliquez sur **Close** (Fermer) pour fermer la boîte de dialogue. Si des modifications ont été apportées à l'un ou plusieurs paramètres, la boîte de dialogue d'enregistrement du fichier de réglage **Save MS Tune File** s'affiche. Cliquez **OK** pour enregister vos modifications dans le même fichier, ou tapez un nouveau nom de fichier et cliquez sur **OK**. Cliquez sur **Cancel** (Annuler) pour annuler les modifications apportées aux paramètres.

Pour configurer la température de l'interface CPG/MSD depuis le logiciel MassHunter

Procédure

1 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner **Instrument>GC Edit Parameters.** (Modification des paramètres CPG de l'instrument).

2 Cliquer sur l'icône **Aux Heater** pour modifier la température de l'interface.



3 Cocher la case d'activation du chauffage « **On** » et entrer la consigne dans la colonne **Value °C**.

La consigne type est de 280 °C. Les valeurs extrêmes permises sont 0 °C et 350 °C. Une consigne inférieure à la température ambiante coupe le chauffage de l'interface.

ATTENTION

S'assurer que le gaz vecteur est ouvert et que la colonne a été purgée de l'air qu'elle contenait avant de chauffer l'interface CPG/SM et le four du CPG.

Lors de la définition de la température de l'interface CPG/SM, veillez à ne pas dépasser la valeur maximale autorisée pour votre colonne.

4 Cliquer sur **Apply** pour transférer les consignes ou cliquer sur **OK** pour les transférer et refermer la fenêtre.

5 Pour intégrer ces nouveaux réglages dans la méthode, l'enregistrer en sélectionnant **Save** dans le menu de méthode.

Pour surveiller la pression du vide secondaire

L'affichage et le suivi de la pression nécessite une micro-jauge à vide à ionisation G3397A (en option).

AVERTISSEMENT **Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène et qu'il existe une possibilité que de l'hydrogène se soit accumulé dans l'enceinte de l'analyseur, ne pas allumer la micro-jauge à ionisation. Lire la section** **"Précautions relatives à l'hydrogène"** **avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.**

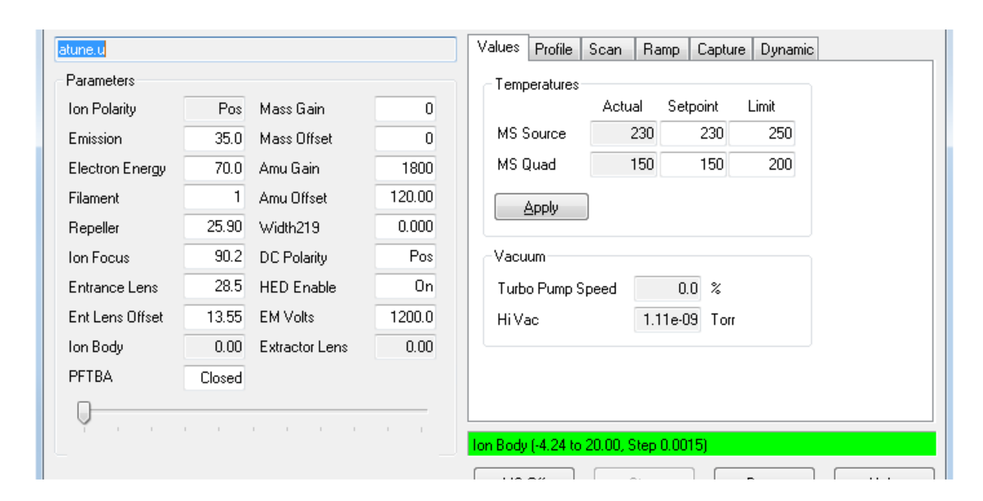
Procédure

1 Démarrer et mettre le MSD sous vide ("our mettre le MSD sous vide en mode EI" page 96).

2 Depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control », sélectionner la rubrique de fermeture de la vanne à vide **Turn Vacuum Gauge on/off** dans le menu du système de vide **Vacuum**.

3 Sélectionner le réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel.

4 Cliquez sur l'onglet **Values** (Valeurs) pour afficher les températures et l'état du vide du HiVac.



C'est le débit de gaz vecteur (colonne) qui a la plus grande influence sur la pression de travail en mode EI. Le Tableau 9 indique les pressions-types pour différentes valeurs du débit. La valeur de ces pressions est approximative et varie d'un instrument à l'autre (jusqu'à 30% de différence).

Tableau 9 Lecture de la micro-jauge à vide à ionisation

Débit de colonne, ml/min	Lecture de la jauge, torr Pompe turbo *"performance"*	Lecture de la jauge, torr Pompe turbo *standard*	Lecture de la jauge, torr Pompe *à diffusion*	Lecture de la jauge primaire, torr Pompe *à diffusion*
0,5	3,18E–06	1,3E–05	2,18E–05	34,7
0,7	4,42E–06	1,83E–05	2,59E–05	39,4
1	6,26E–06	2,61E–05	3,66E–05	52,86
1,2	7,33E–06	3,11E–05	4,46E–05	60,866
2	1,24E–05	5,25E–05	7,33E–05	91,784
3	1,86E–05	8,01E–05	1,13E–04	125,76
4	2,48E–05			
6	3,75E–05			

Si la pression est notablement plus élevée que les pressions indiquées ici, consulter l'aide en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation pour y rechercher les informations concernant le diagnostic des fuites d'air et des autres problèmes du système de vide.

La vue de commande « Instrument Control », permet de surveiller la pression en configurant une fenêtre de surveillance « MS Monitor » pour afficher le relevé de cette mesure de vide. Il est également possible de lire la pression sur le LCP ou l'écran de réglage manuel « Manual Tune ».

Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne

Les colonnes capillaires doivent être étalonnées pour être utilisées dans l'interface SM.

Procédure

1 Configurer l'acquisition des données pour une injection manuelle sans division et définir un tracé de surveillance en tant réel du *m/z* 28.

2 Préparer l'analyse en appuyant sur **[Prep Run]** du clavier du CPG.

3 Injecter 1 µL d'air dans l'injecteur CPG et démarrer l'analyse en appuyant sur **[Start Run]**.

4 Attendre jusqu'à l'édition d'un pic à *m/z* 28. Noter le temps de rétention.

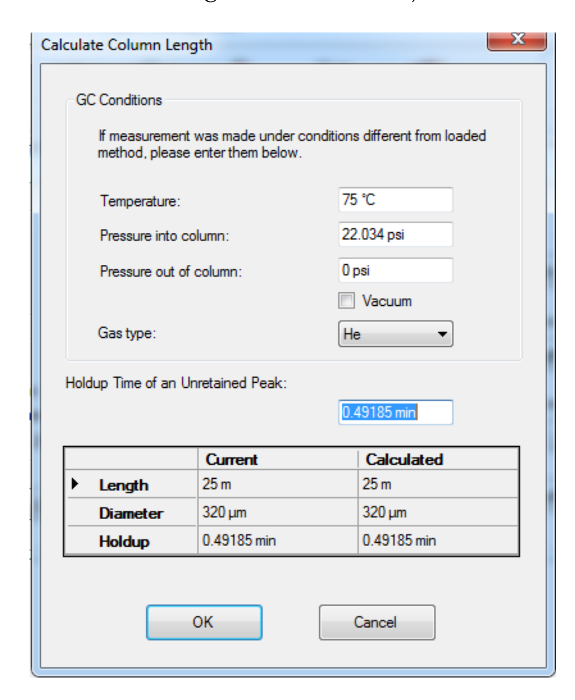
5 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner **GC Parameters** dans le menu **Instrument**.

6 Cliquer sur l'onglet **Configuration,** puis sur l'onglet **Columns**.

7 Sélectionner votre colonne installée dans le tableau.

8 Cliquer sur le bouton d'étalonnage **Calibrate** pour accéder à la boîte de dialogue d'étalonnage de la colonne **Calibrate Column**.

9 Cliquer sur le bouton de calcul de la longueur **Calc Length** dans la section **If unretained peak holdup time is known** pour accéder à la boîte de dialogue de calcul de longueur de colonne, **Calculate Column Length**.



10 Vérifier si les paramètres répertoriés (température, pressions d'entrée et de sortie et type de gaz) sont les mêmes que ceux utilisés dans la méthode définissant le temps de maintien. Modifier tous les paramètres différents de ceux utilisés dans votre méthode.

11 Entrer le temps de rétention enregistré dans le champ **Holdup Time**. Déplacer le curseur dans le champ d'un autre paramètre pour afficher la longueur de la colonne étalonnée.

12 Cliquer sr **OK** pour enregistrer les modifications et quitter la boîte de dialogue.

13 Cliquer sur **OK** dans la boîte de dialogue d'étalonnage des colonnes, **Calibrate Columns**, pour enregistrer l'étalonnage.

Avec des colonnes capillaires du genre de celle utilisée sur le MSD, on préfère souvent mesurer la vitesse linéaire de progression et non le débit proprement dit.

Calcul de la vitesse linéaire moyenne

$$\textit{Vitesse linéaire (cm/s)} = \frac{100\ L}{t}$$

où :

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en secondes

Calcul du débit-volume

$$\textit{Débit (ml/min)} = \frac{0.785\ D^2\ L}{t}$$

où :

D = diamètre interne de la colonne en millimètres

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en minutes

Pour régler le MSD en mode EI

Il est également possible d'utiliser le tableau de commande local pour exécuter l'autoréglage actuellement utilisé dans le logiciel MassHunter. Voir la section “Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP)” page 51.

Procédure

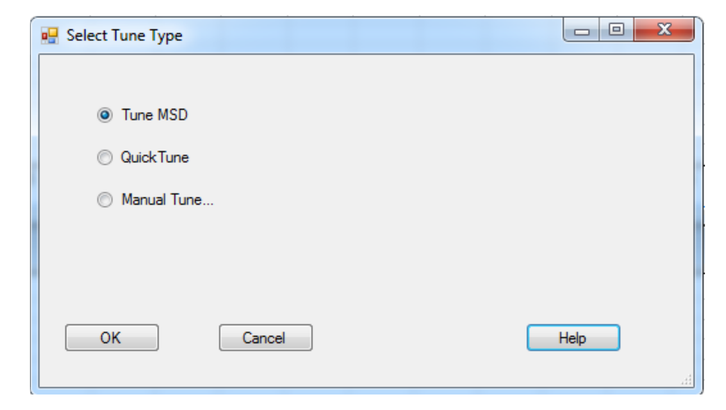
1 Chargez la méthode à utiliser pour l'acquisition de données.

2 Dans la vue de commande « Instrument Control », vérifier que le fichier de réglage correct est affiché dans la barre de titre. Pour la plupart des applications, le fichier d'autoréglage ATUNE.U (**Autotune**) donne les meilleurs résultats. Le fichier STUNE.U (**Standard Tune**) n'est pas recommandé car il peut réduire la sensibilité.

3 Pour sélectionner un autre fichier de réglage, sélectionner **MS Tune File** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune File**. La zone de réglage **Settings** affiche les paramètres importants d'un fichier de réglage sélectionné.

   Le fichier de réglage doit correspondre au type de source d'ions dans l'analyseur. Si vous utilisez une source EI, sélectionnez ue fichier de réglage créé pour ce type de source.

4 Cliquer ur l'icône **MS Tune** pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune Type**.



5 Sélectionner **Tune MSD** (Régler le MSD) pour réaliser un autoréglage complet ou sélectionner **Quick Tune** (Réglage rapide) pour régler uniquement la largeur de pic, l'attribution de masse et l'abondance, sans modification des rapports ioniques.

6 Cliquer sr **OK** pour fermer cette boîte de dialogue et lancer le réglage. Si les températures du MSD ne sont pas stables, un message s'affiche pour vous demander d'attendre ou de passer cette étape en cliquant sur **Override**.

7 Attendre que le réglage soit terminé et que le rapport correspondant soit envoyé.

8 Pour évaluer les résultats du réglage, sélectionner **Evaluate Tune** dans le menu de vérification **Checkout**.

Pour afficher l'historique des résultats de réglage, dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner **Checkout>View Previous Tunes**.

Pour effectuer un réglage manuel du MSD ou pour effectuer des autoréglages spécifiques, dans le menu **View**, sélectionner la vue **Tune and Vacuum Control**. Pour des informations complémentaires sur le réglage, consulter les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Pour vérifier les performances du système

Fournitures nécessaires

- Octafluoronaphthalène (OFN) à 1 pg/µL (0,001 ppm), référence 5188-5348

Vérification de la performance du réglage

1 Vérifier que le système est sous vide secondaire depuis au moins 60 minutes.
2 Entrer une température de four CPG de 150 °C et un débit de colonne de 1 mL/min.
3 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner la vérification des paramètres de réglage **Checkout Tune** dans le menu de vérification « Checkout ». Le logiciel exécute alors un autoréglage et imprime le rapport.
4 Quand l'autoréglage est terminé, enregistrer la méthode et sélectionner l'évaluation du réglage **Evaluate Tune** dans le menu de vérification **Checkout**.

   Le logiciel évalue alors le dernier autoréglage et imprime un rapport de réglage et de vérification du système.

Vérification de la performance de sensibilité

1 Préparer une injection d'1 µl d'OFN, soit automatique (ALS), soit manuelle.
2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner la vérification de sensibilité **Sensitivity Check** dans le menu de vérification **Checkout**. La boîte de dialogue d'avertissement **Alert**, s'affiche pour rappeler de résoudre la méthode OFN_SN et de placer l'échantillon OFN dans le flacon 1 lors de la configuration d'un ALS.
3 Le cas échéant, résoudre le problème matériel avec cette méthode et placer l'échantillon dans la position 1 du flacon.
4 Cliquer sur **OK** pour exécuter la méthode.

   Une fois la méthode exécutée, un rapport d'évaluation est imprimé.

Contrôler que la valeur efficace du rapport signal sur bruit est conforme aux spécifications publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977)

Fournitures nécessaires

- Échantillon d'étalonnage FHT (5188-5357)

Procédure

1 Charger le fichier de réglage ATUNE.U, puis appliquer l'autoréglage au MSD. Voir la section “Pour régler le MSD en mode EI” page 78.

2 Résoudre la méthode PFHT.M enregistrée sous x\5977\PFHT.M, x représentant le numéro d'instrument utilisé.

3 Mettre à jour et enregistrer la méthode.

4 Mettre l'échantillon d'étalonnage dans un flacon et le placer en position 2.

5 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner le test à masse élevée **High Mass Check** dans le menu de vérification **Checkout**.

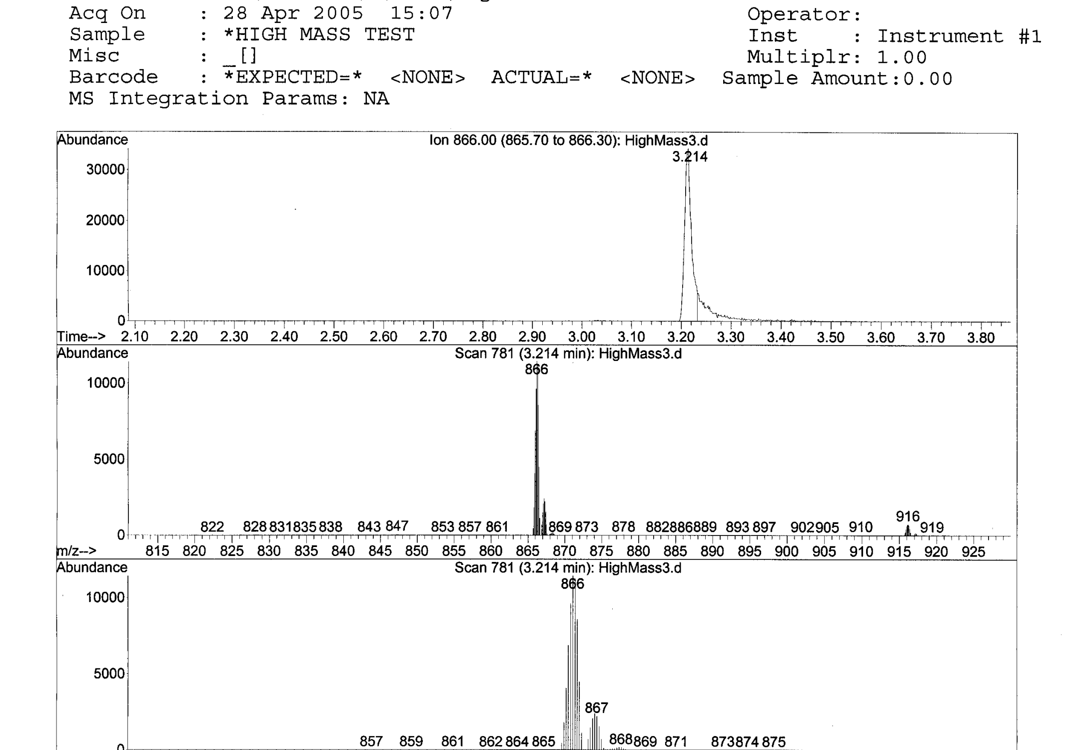
6 Suivre les indications s'affichant à l'écran.

7 L'analyse ne prend que cinq minutes, impression du rapport comprise. Voir la section “Rapport masses élevées du PFHT” page 82.

Résultats

```
                              *PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d                Vial: 2
Acq On    : 28 Apr 2005  15:07                       Operator:
Sample    : *HIGH MASS TEST                          Inst     : Instrument #1
Misc      : _[]                                      Multiplr: 1.00
Barcode   : *EXPECTED=*  <NONE>  ACTUAL=*  <NONE>  Sample Amount:0.00
MS Integration Params: NA
```



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

Figure 12 Rapport masses élevées du PFHT

Les résultats indiquent une valeur recommandée pour le paramètre de décalage « AMU offset » pour les masses élevées. Si les résultats sont égaux aux quantités cibles à cinq unités près, il n'y a aucune raison de procéder à un réglage.

Réglages

1 Vérifier que le fichier ATUNE.U a été chargé.

2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument.**

3 Cliquer sur l'onglet **Dynamic**, puis sur le sous-onglet **Amu Offset**.

4 Activer la case à cocher **Enable This Lens**.

5 Entrer la tension de décalage dynamique recommandée dans la zone **Voltage (V)** et cliquer sur **OK**.

6 Cliquer sur **Enregistrer** pour enregistrer le paramètre de décalage dynamique **Amu Offset** pour les masses élevées.

   Il est possible de remplacer le fichier ATUNE.U pour y inclure le réglage à masse élevée ou l'enregistrer sous un nouveau nom, par exemple : ATUNEHIGH.U.

   À chaque fois qu'un autoréglage ATUNE.U est exécuté, il remplace la valeur dynamique **Amu Offset** par la donnée entrée. C'est pourquoi le nom du réglage doit parfois être modifié.

7 Cliquer sur **Done** pour fermer la boîte de dialogue de réglage manuel Manual Tune.

8 Charger la méthode PFHT.M, puis charger le fichier de réglage sauvegardé, puis sauvegarder la méthode.

9 Réanalyser le mélange test (réitérer la vérification à masse élevée). Si la correction ne dépasse pas 5 unités, il n'est pas nécessaire de procéder à un autre réglage.

Dépose des capots du DDM

Fournitures nécessaires

- Tournevis, Torx T-15 (8710-1622)

S'il s'avère nécessaire de retirer l'un des capots du DDM, suivre selon le cas l'une des deux procédures ci-dessous (Figure 13) :

Dépose du capot supérieur de l'analyseur



Déposer les 5 vis et soulever le capot pour le retirer.

Dépose du capot à hublot de l'analyseur



1 Appuyer sur la zone arrondie au sommet du hublot.
2 Dégager le hublot hors du DDM par l'avant et en le soulevant.



Ne pas déposer les autres capots, couvercles ou panneaux. Des tensions dangereuses sont présentes derrière ceux-ci.

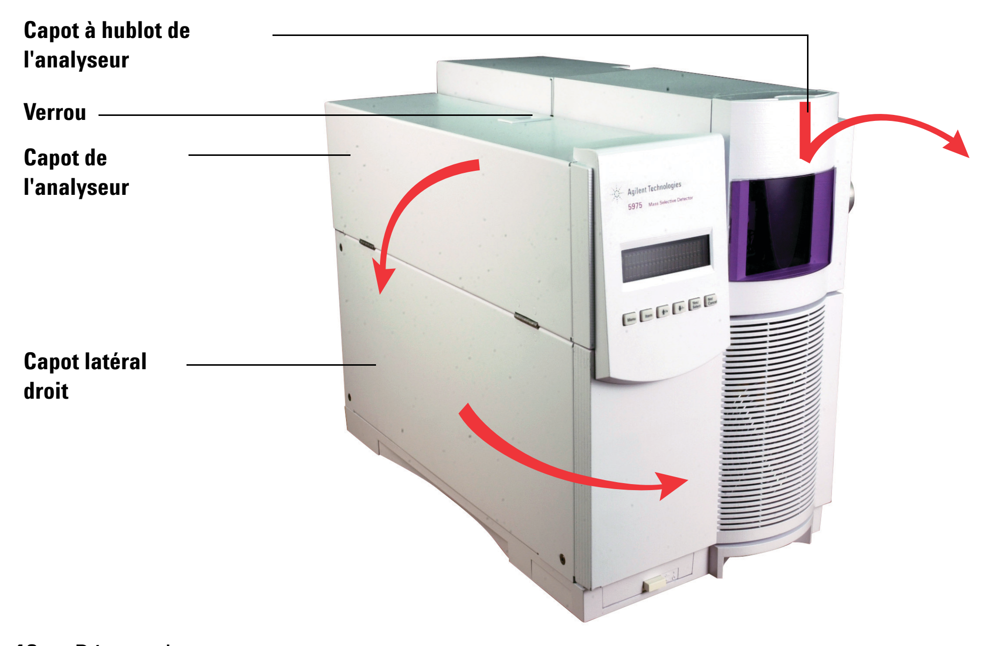


Figure 13 Dépose des capots



ATTENTION Ne pas appliquer un effort excessif car les pattes de plastique qui maintiennent les capots pourraient se briser.

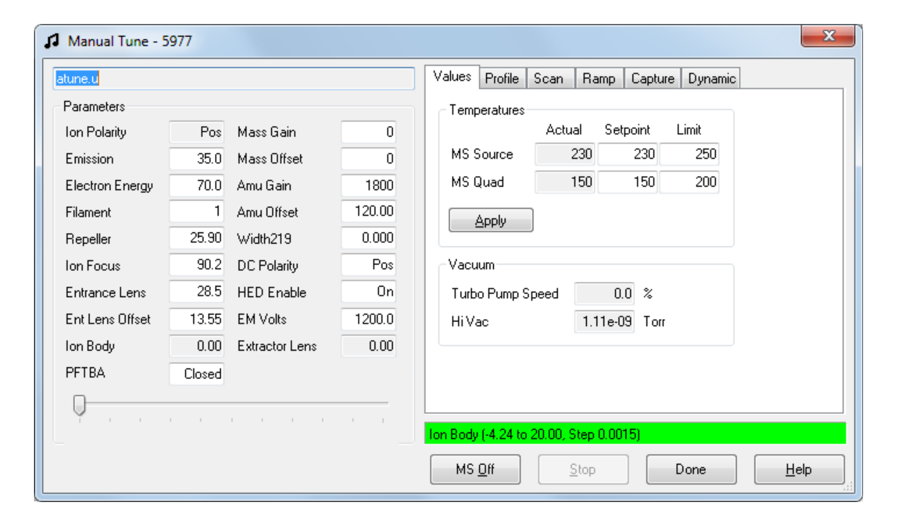
Mise à la pression atmosphérique du MSD

Procédure

1 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner GC Parameters pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument** Sélectionner **Oven** (Four) et définissez la température du four sur la température ambiante. Sélectionner ensuite les éléments **Oven, Thermal Aux (MSD) Transfer line et Inlet** et définissez ces températures sur la température ambiante. Cliquer sur **OK** pour fermer cette boîte de dialogue et transmettre cette température au CPG.

2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument.**

3 Cliquer sur l'onglet **Values** et définissez les températures de la source et du quadripôle du spectomètre sur la température ambiante (température de la pièce), puis cliquez sur **Apply** pour appliquer ces paramètres au MSD.



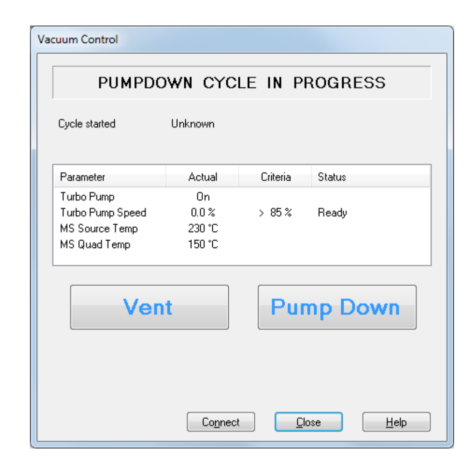
AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, le couper avant de couper l'alimentation du MSD. Si la pompe primaire est arrêtée, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section **“Précautions relatives à l'hydrogène”** **avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.**



Pour éviter d'endommager la colonne, vérifier que le four du CPG et l'interface CPG/MSD ont refroidi avant de couper le gaz vecteur.

4 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquer sur l'onglet **Vacuum Control**.



5 Retrait du capot du hublot de l'analyseur (voir la section “Dépose des capots du DDM” page 84)

6 Cliquez sur **Vent** pour lancer la fermeture automatique du MSD. Suivre les instructions qui s'affichent.



7 À l'invite, tourner le bouton de la vanne de mise à l'air dans le sens inverse des aiguilles d'une montre de *seulement* 3/4 de tour ou jusqu'à ce que le sifflement de l'air qui pénètre dans l'enceinte de l'analyseur se fasse entendre.Déposer le capot à hublot de l'analyseur page 84

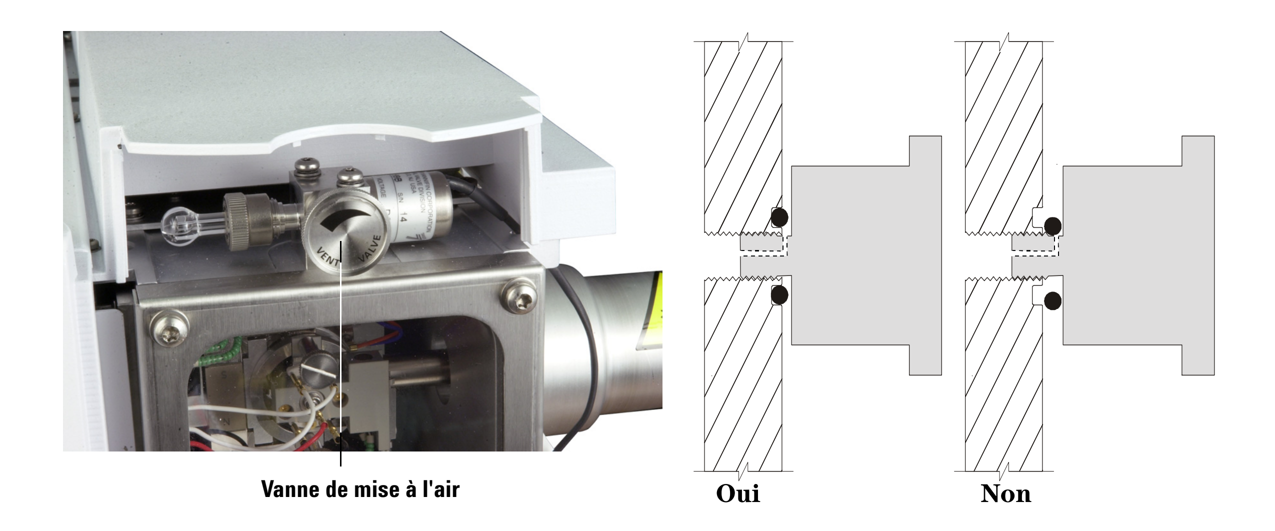


Figure 14 Mise à l'air du DDM

Ne pas trop tourner le bouton car le joint torique sortirait de sa gorge. Ne pas oublier de revisser le bouton avant de remettre l'enceinte sous vide.

Ouverture de l'enceinte de l'analyseur

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Bracelet antistatique
  - Petite taille (9300-0969)
  - Taille moyenne (9300-1257)
  - Grande taille (9300-0970)

ATTENTION Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées page 137 avant de toucher les composants de l'analyseur.

Procédure



1 Mettre le DDM à la pression atmosphérique (page 86).
2 Débrancher de la carte latérale, son câble de commande ainsi que le câble d'alimentation de la source.
3 Si elles sont serrées, desserrer les vis moletées de la plaque latérale (Figure 15).

   La vis moletée arrière de la plaque latérale ne doit pas être serrée en utilisation normale. Cette vis est serrée uniquement pour le transport. La vis moletée avant ne devrait être serrée que pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène ou d'autres substances inflammables toxiques sont utilisées pour le gaz vecteur.

ATTENTION Au cours de l'étape suivante, **arrêter** à la moindre résistance. Ne jamais forcer sur la plaque latérale pour l'ouvrir. Vérifier que le DDM est à la pression atmosphérique. Vérifier que les vis moletées avant et arrière sont toutes deux complètement desserrées.

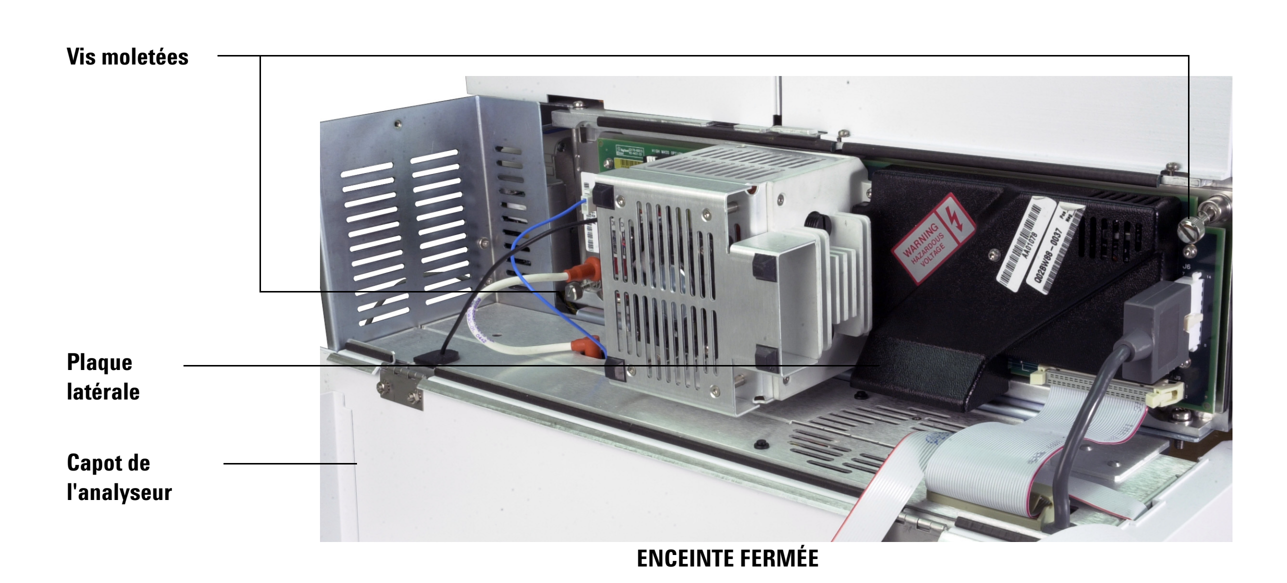
4 Faire pivoter *doucement* la plaque latérale vers l'extérieur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface CPG/DDM et d'autres parties de l'enceinte de l'analyseur fonctionnent à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

ATTENTION

Afin d'éviter toute pollution, toujours porter des gants propres pour travailler dans l'enceinte de l'analyseur.



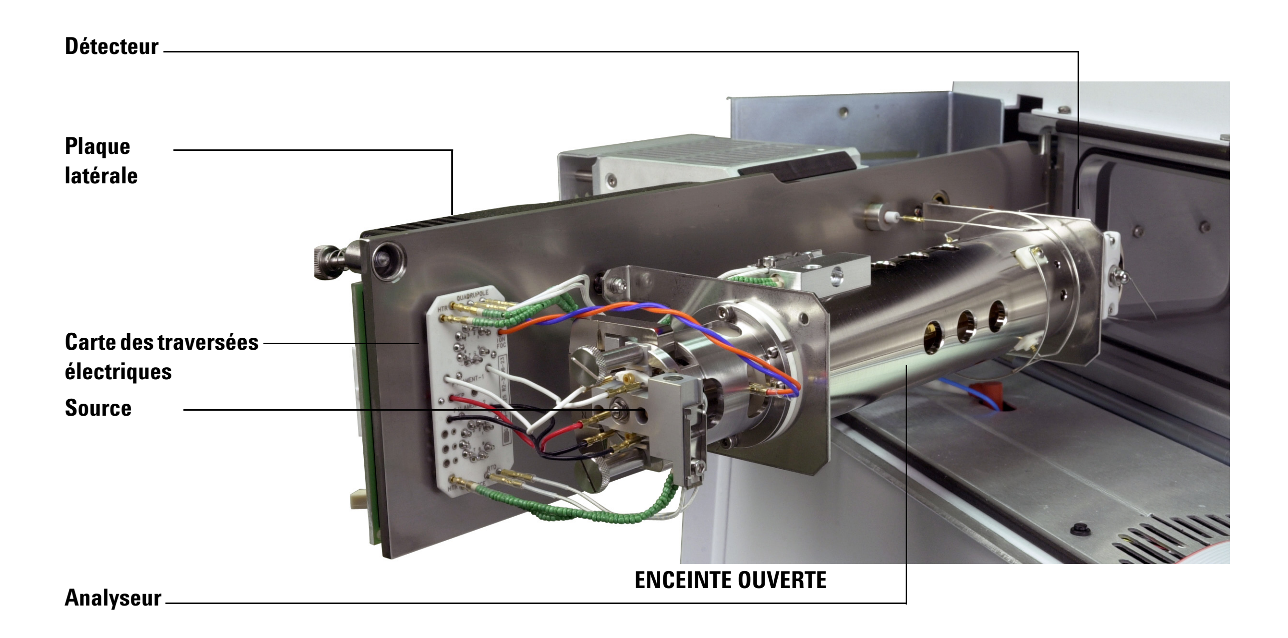


Figure 15 L'enceinte de l'analyseur

Fermeture de l'enceinte de l'analyseur

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)

Procédure

1 Vérifier que toutes les connexions internes de l'analyseur sont bien fixées. Le câblage est identique pour les sources EI et CI.

Le Tableau 10 décrit le brochage complet du câblage illustré par les Figure 16 et Figure 17. Dans le tableau, "CT" désigne la carte des traversées électriques placée à proximité de la source.

Tableau 10 Câblage de l'analyseur

Description du fil	Fixé sur	Connecté à
Isolant en perles vertes (2)	Chauffage du quadripôle	CT, en haut à gauche (HTR)
Blanc avec gaine tressée (2)	Sonde temp. quadripôle	CT, en haut (RTD)
Blanc (2)	CT, centre (FILAMENT-1)	Filament 1 (haut)
Rouge (1)	CT, centre gauche (REP)	Repousseur
Noir (2)	CT, centre (FILAMENT-2)	Filament 2 (bas)
Orange (1)	CT, en haut à gauche (ION FOC)	Lentille de focalisation des ions
Bleu (1)	CT, en haut à droite (ENT LENS)	Lentille d'entrée
Isolant en perles vertes (2)	Chauffage source	CT, en bas à gauche (HTR)
Blanc (2)	Sonde temp. source	CT, en bas (RTD)

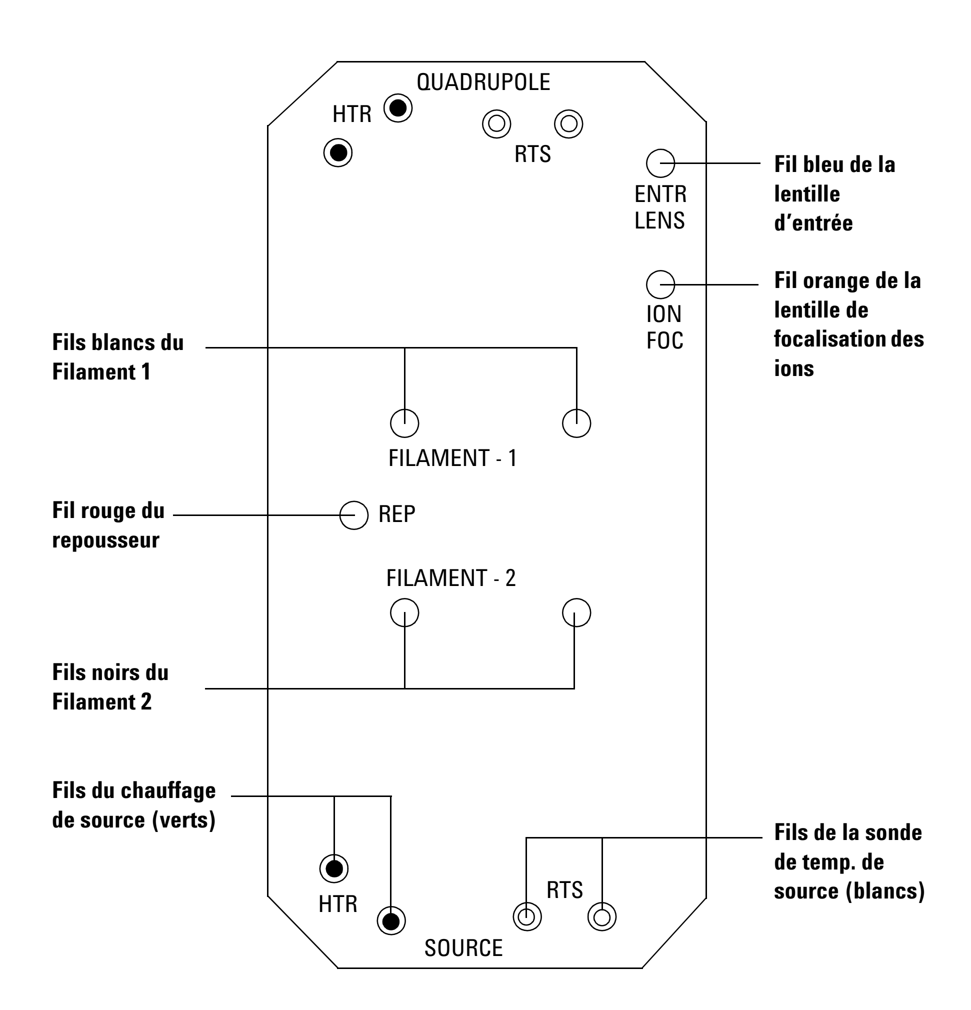


Figure 16 Câblage de la carte des traversées électriques

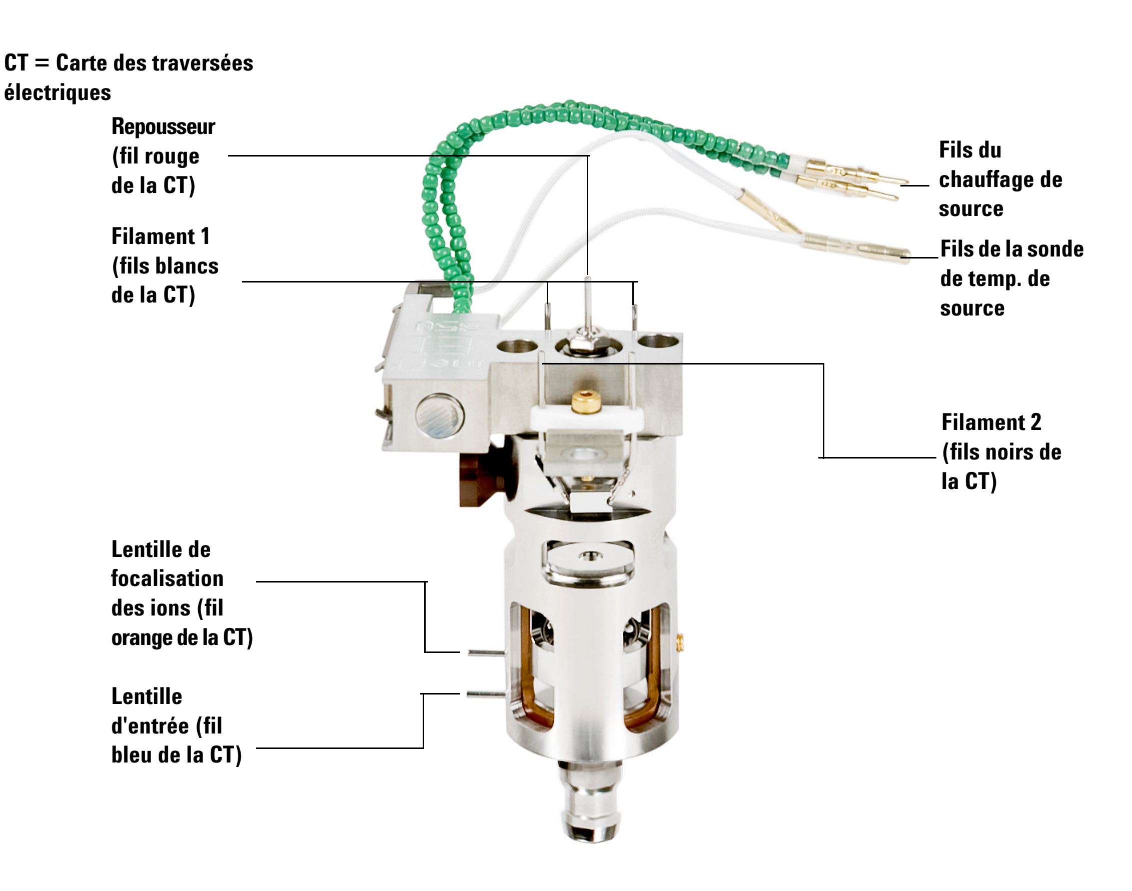


Figure 17 Câblage de la source

2 Contrôler le joint torique de la plaque latérale.

Vérifier que le joint torique est ***très légèrement*** lubrifié avec de la graisse à vide Apiezon L. Si ce joint est très sec, l'étanchéité peut être difficile à obtenir. Si ce joint est trop brillant, il est lubrifié surabondamment.

(Pour les instructions de lubrification, consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du DDM série 5975 intitulé "5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual").

3 Refermer la plaque latérale.

4 Rebrancher sur la carte latérale son câble de commande ainsi que le câble d'alimentation de la source.

5 Vérifier que la vanne de mise à l'air est bien fermée.

6 Évacuer le DDM (page 96).

7 Pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène ou d'autres substances inflammables toxiques sont utilisées pour le gaz vecteur, serrer *légèrement* à la main la vis moletée avant de la plaque latérale.

AVERTISSEMENT **La vis moletée avant doit être serrée pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène (ou un autre gaz dangereux) est utilisé comme gaz vecteur. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, elle pourrait ainsi empêcher la plaque de s'ouvrir.**

ATTENTION Ne pas serrer exagérément la vis moletée cela peut faire apparaître des fuites ou empêcher la mise sous vide. Ne pas utiliser de tournevis pour serrer la vis moletée.

8 Une fois le DDM sous vide, refermer le couvercle.

our mettre le MSD sous vide en mode EI

Pour effectuer cette tâche, il est également possible d'utiliser le tableau de commande local. Voir la section "Exploitation du DDM depuis le tableau de commande local (LCP)" page 51.

AVERTISSEMENT **S'assurer que toutes les conditions indiquées dans l'introduction du présent chapitre (page 59) sont vérifiées avant de commencer la procédure d'évacuation du MSD. Le non-respect de cette consigne peut être à l'origine de blessures corporelles.**

AVERTISSEMENT **Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le MSD et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section "Précautions relatives à l'hydrogène" avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.**

Procédure

1 Déposer le capot à hublot de l'analyseur (voir la section "Dépose des capots du DDM" page 84)



2 Remettre la vanne de mise à l'air en place en tournant le bouton dans le sens horaire.

3 Rebrancher le cordon secteur du MSD.

4 Appuyer sur le bouton de mise sous tension « Power on » situé sur la face avant du MSD.

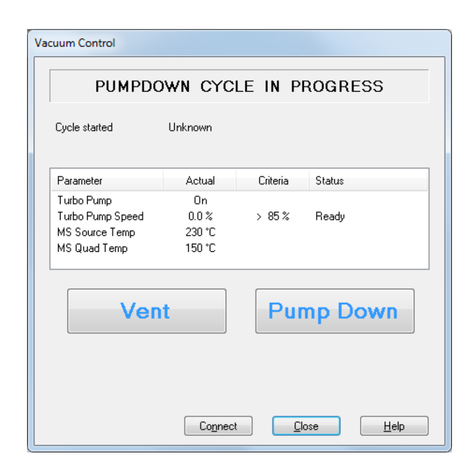
5 Appuyer légèrement sur la plaque latérale du MSD pour favoriser la bonne étanchéité initiale du joint. Appuyer sur le boîtier métallique de la carte latérale.

   La pompe primaire émet un gargouillis. Ce bruit doit cesser dans la minute qui suit. Si ce bruit persiste, il y a une fuite d'air ***importante*** dans le système probablement au niveau de la plaque latérale, de l'écrou de colonne de l'interface ou de la vanne de mise à l'air.

6 Lancer le programme d'analyse de données MassHunter.

7 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument.**

8 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquer sur l'onglet **Vacuum Control**.



9 Sélectionner l'option de mise sous vide, **Pump Down**, sous l'onglet **Vacuum** et suivre les instructions affichées par le système.

ATTENTION Ne pas allumer de zone chauffée du CPG avant d'avoir établi un débit de gaz vecteur. Faire chauffer une colonne sans débit de gaz vecteur la détériore.

10 À l'invite du logiciel, mettre le chauffage de l'interface CPG/MSD et le four du CPG en marche. Cliquer ensuite sur **OK**.

Le logiciel se charge de mettre les chauffages de la source et du filtre de masse (quad) en marche. Les consignes de température sont enregistrées dans le fichier d'autoréglage (*.u) en cours.

11 Lorsque le message **Ok to run** s'affiche, attendez deux heures que le MSD atteigne l'équilibre thermique. Les données acquises avant que le MSD n'ait atteint son équilibre thermique peuvent ne pas être reproductibles.

Transport et entreposage du DDM

Fournitures nécessaires

- Ferrule, aveugle (5181-3308)
- Écrou de colonne d'interface (05988-20066)
- Clé plate, 1/4 × 5/16 de pouce (8710-0510)

Procédure

1. Mettre le DDM à la pression atmosphérique (page 86).
2. Sortir la colonne de l'interface (on obturera cette dernière avec un écrou d'interface muni d'une ferrule aveugle).
3. Fermer la vanne de mise à l'air.
4. Séparer le DDM du CPG (consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du DDM série 5975 intitulé "5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual").
5. Débrancher le câble du chauffage de l'interface CPG/DDM (côté CPG).
6. Mettre l'écrou d'interface avec la ferrule aveugle en place.
7. Ouvrir le capot de l'analyseur (page 84).
8. Serrer à la main les vis moletées de la plaque latérale (Figure 18).

ATTENTION Ne pas serrer pas les vis moletées trop fort. Un serrage exagéré endommage les filets des taraudages de l'enceinte de l'analyseur. Il risque aussi de voiler la plaque latérale et de provoquer des fuites.

9. Rebrancher le cordon secteur du DDM.
10. Mettre le DDM en marche (interrupteur secteur) pour le mettre sous vide primaire. Selon le modèle de DDM, vérifier que la vitesse de la pompe turbo dépasse 50 % ou que la pression primaire est descendue à environ ~1 torr.
11. Éteindre le DDM.
12. Refermer le capot de l'enceinte de l'analyseur.
13. Débrancher les câbles réseau local, de commande à distance et secteur.

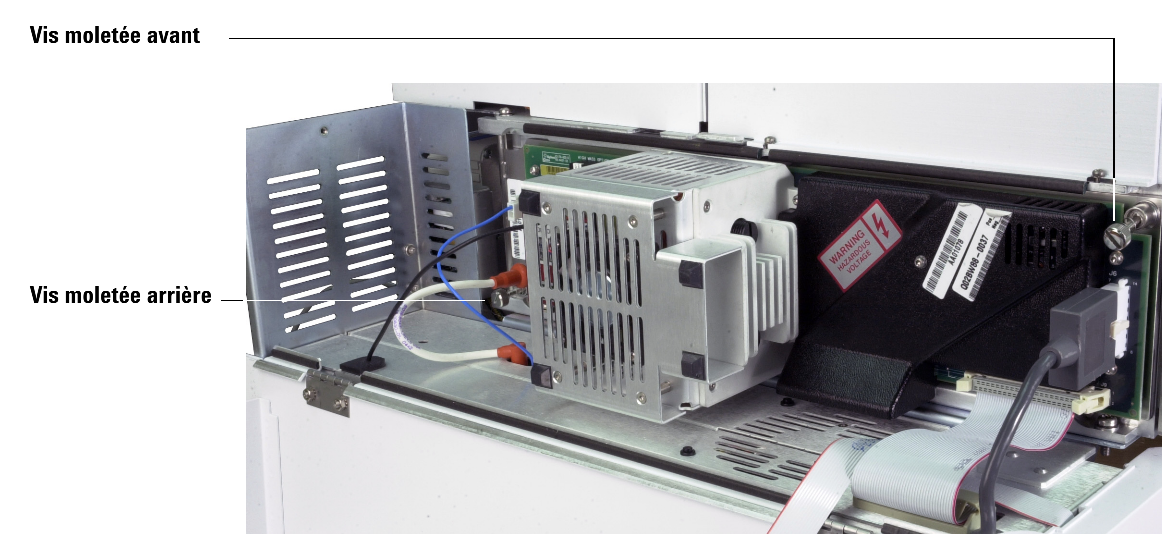


Figure 18 Vis moletées de la plaque latérale

Il est maintenant possible d'entreposer le DDM ou de le transporter. La pompe primaire ne peut pas être débranchée du DDM. Elle doit être déplacée avec le DDM. S'assurer que le DDM reste en position verticale et ne sera jamais couché sur le côté ni retourné.

ATTENTION Le DDM ne doit en aucun cas être couché ou retourné. Si le DDM doit être transporté d'un site à un autre, il faut contacter le service de maintenance Agilent Technologies pour obtenir des conseils sur l'emballage et l'expédition.

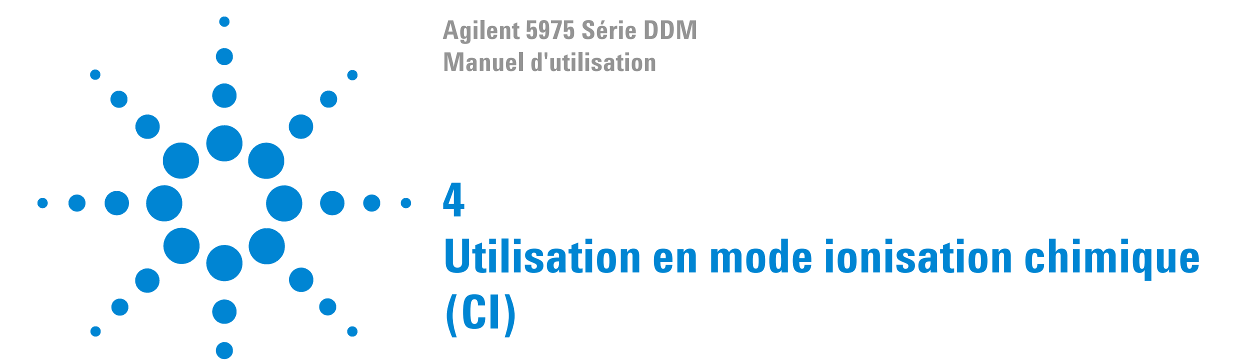
Réglage de la température de l'interface CPG/DDM depuis le CPG

Il est possible de régler la température de l'interface directement depuis le CPG. Pour Agilent 7890A et 6890, régler la température Aux #2. Pour le 6850, utiliser le module de commande portatif et régler la température de la zone thermique aux. Pour les détails, consulter le manuel d'utilisation du CPG.

ATTENTION Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne.

ATTENTION S'assurer que le gaz vecteur est ouvert et que la colonne a été purgée de l'air qu'elle contenait avant de chauffer l'interface CPG/DDM et le four du CPG.

Pour que la nouvelle consigne soit intégrée à la méthode en cours, il faut l'enregistrer en cliquant sur **Save** dans le menu "Method". Dans la négative, au prochain chargement d'une méthode, les points de consigne de cette même méthode remplaceront ceux qui auront été éventuellement entrés au clavier du CPG dans l'intervalle.



4
Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Instructions générales 102
L'interface CPG/DDM CI 103
Fonctionnement du DDM CI 105
Procédure de passage de la source EI à la source CI 106
Pour mettre le MSD sous vide en mode CI 107
CPour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI 108
Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif 110
our régler le débit du gaz réactif méthane 114
Utilisation d'autres gaz réactifs 117
Procédure de passage de la source CI à la source EI 122
Réglage automatique en mode CI 123
Exécution d'un autoréglage en PCI (méthane seulement) 125
Exécution d'un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane) 127
Vérification des performances en PCI 129
Vérification des performances en NCI 130
Surveillance de la pression du vide secondaire 131

Ce chapitre donne les informations et instructions nécessaires pour utiliser le DDM CI série 5975 en mode ionisation chimique (CI). La plupart des informations données dans le chapitre précédent restent valables.

Ce chapitre traite essentiellement de l'ionisation chimique avec le méthane, mais une partie est consacrée aux autres gaz réactifs.

Le logiciel contient les instructions pour régler le débit du gaz réactif et effectuer les autoréglages en CI. Le programme d'autoréglage fourni est capable d'effectuer le réglage de l'instrument en CI positive (PCI) avec le méthane comme gaz réactif et en CI négative (NCI) avec tous les types de gaz réactifs.



Instructions générales

- Toujours utiliser du méthane de la plus grande pureté (ceci est valable aussi pour les autres gaz réactifs éventuellement utilisés). La pureté minimale du méthane est de 99,9995 %.
- Avant de mettre le système CPG/DDM en configuration CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir “Pour vérifier les performances du système” .
- Vérifier que la source CI et le cône d'étanchéité de l'interface CPG/DDM sont installés.
- Contrôler l'absence de fuite d'air sur le circuit du gaz réactif. Le contrôle est effectué en mode PCI en observant le signal à *m/z* 32, après le préréglage du méthane.

L'interface CPG/DDM CI

L'interface CPG/DDM CI (Figure 19) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du DDM. Elle est boulonnée sur le côté droit de l'enceinte de l'analyseur, un joint torique assure l'étanchéité et elle est recouverte par une protection qui doit rester en place.

Une extrémité de l'interface passe à travers la paroi latérale du CPG et pénètre jusque dans le four. Elle est filetée afin de pouvoir y raccorder la colonne capillaire au moyen d'un écrou et d'une ferrule. L'autre extrémité de l'interface s'adapte sur la source d'ions. Les deux derniers 1 à 2 millimètres de colonne capillaire dépassent de l'extrémité du tube de guidage et émergent à l'intérieur de la source.

Le circuit du gaz réactif passe également par l'interface. L'extrémité de l'interface pénètre à l'intérieur de la chambre d'ionisation. Un cône d'étanchéité à ressort empêche le gaz réactif de fuir autour de l'extrémité de l'interface. Le gaz réactif traverse le corps de l'interface et se mélange avec le gaz vecteur et l'échantillon à l'intérieur de la source.

Une cartouche électrique chauffe l'interface CPG/MSD. Normalement, le chauffage de l'interface CPG/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux#2 du CPG. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter. Une sonde (thermocouple) permet de suivre la température de l'interface.

Cette interface est également utilisée pour le fonctionnement en EI des DDM CI.

La plage de température recommandée de l'interface est de 250 ° à 350 °C. Restriction : la température devrait toujours être légèrement plus élevée que la température maximale du four, mais ne doit ***jamais*** être plus élevée que la température maximale de la colonne.

Voir aussi

“Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/DDM” .



Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne dans l'interface CPG/DDM, le four du CPG et l'injecteur.

AVERTISSEMENT **L'interface CPG/DDM fonctionne à haute température. Tout contact avec l'interface chaude entraîne une brûlure.**

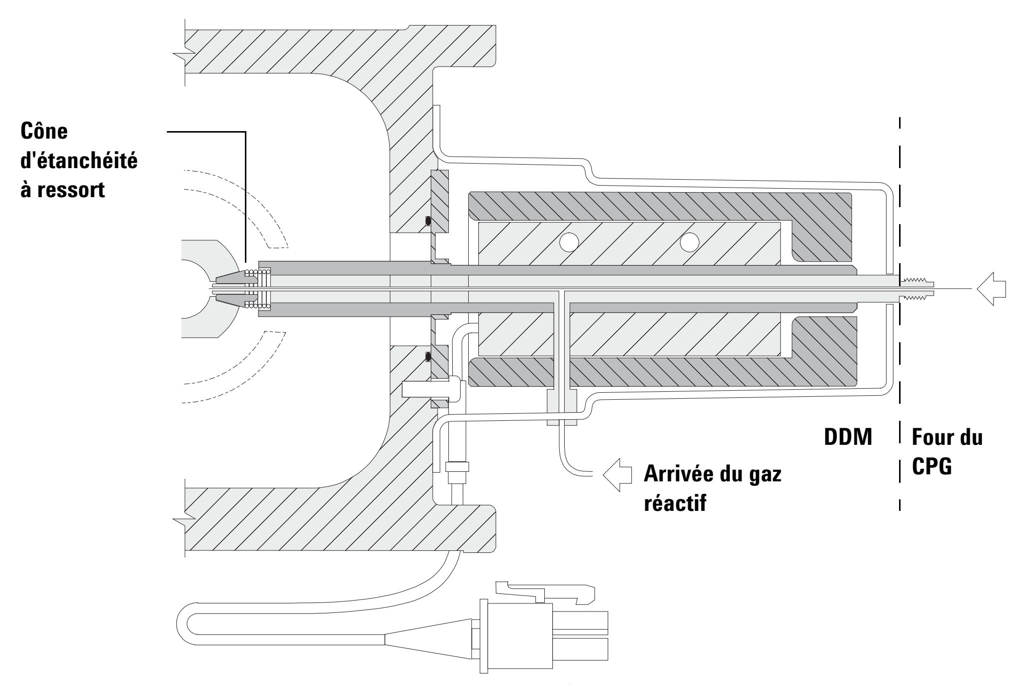


Figure 19 L'interface CPG/DDM CI

Fonctionnement du DDM CI

Il est un peu plus compliqué de faire fonctionner le DDM en mode CI qu'en mode EI. Après le réglage, le débit de gaz, la température de source (Tableau 11) et l'énergie des électrons peuvent nécessiter une optimisation en fonction de l'analyte.

Tableau 11 Températures pour le fonctionnement en CI

	Source	Quadripôle	Interface CPG/DDM
PCI	250 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

Démarrer le système en mode PCI

Le démarrage en PCI permet d'effectuer des tâches suivantes :

- Commencer par préparer le DDM pour le méthane, même si un autre gaz réactif doit être utilisé ensuite.
- Contrôler le cône d'étanchéité de l'extrémité de l'interface en suivant le rapport *m/z* 28 / 27 (dans le panneau de réglage du débit de méthane).
- Contrôler l'absence d'une fuite importante en suivant les ions à *m/z* 19 (eau protonée) et 32.
- Confirmer que le SM produit de “véritables” ions et non pas un simple bruit de fond.

Il est pratiquement impossible d'effectuer un quelconque diagnostic du système en NCI. En NCI, on ne peut observer aucun ion réactif. Il est difficile de diagnostiquer une fuite et difficile de vérifier que l'étanchéité entre l'interface et la chambre d'ionisation est correcte.

Procédure de passage de la source EI à la source CI

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI.

Commencer par régler le DDM en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

1 Mettre le DDM à l'air. Voir page 78.

2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

3 Déposer la source EI. Voir page 145.

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre. Voir “Décharge électrostatique” . Prendre toutes les précautions anti-ESD ***avant*** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

4 Installer la source CI. Voir page 164.

5 Installer le cône d'étanchéité de l'interface. Voir page 165.

6 Refermer l'enceinte de l'analyseur.

7 Évacuer le DDM. Voir page 107.

Pour mettre le MSD sous vide en mode CI

Cette procédure suppose que l'appareil pourra être réglé en mode PCI/méthane après la stabilisation du système.

Procédure

1 Suivre les instructions du MSD EI Voir “Pour mettre le MSD sous vide en mode EI” on page 87.

   Lorsque le logiciel invite l'utilisateur à mettre le chauffage de l'interface et le four du CPG en marche, effectuer les étapes ci-dessous.

2 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **Values** pour verifier si la pression est descendante (option Jauge Hi-Vac installée).

3 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **CI Gas**, puis, dans la zone **Valve Settings**, désactivez les cases **Gas Valve A**, **Gas Valve B** et **ShutOff Valve**.

4 Vérifier si **PCICH4.U** est activé (dans la partie supérieure gauche de la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**), puis cliquez sur l'onglet **Values** pour accepter les consignes de température.

   Avant de passer en NCI, toujours contrôler les performances du système en mode PCI.

5 Régler la température de l'interface CPG/MSD à 280 °C.

6 Régler le débit **Gas A (méthane)**sur 20%.

7 Laisser le système étuver avec ce balayage gazeux pendant au moins 2 heures. Pour travailler en mode NCI et obtenir la meilleure sensibilité, il vaut mieux laisser le système étuver pendant la nuit.

CPour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI

ATTENTION Avant de faire passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en mode EI.

Procédure

1 Dans la vue **Tune and Vacuum Control**, sélectionnez **Load Tune Parameters** dans le menu **File** et chargez le fichier de réglage **PCICH4.U**.

2 Si un Autotune CI n'a jamais été exécuté pour ce fichier, le logiciel invite l'utilisateur à répondre à une série de boîtes de dialogue. *À moins d'avoir de bonnes raisons de les changer, accepter les valeurs par défaut.*

   Les valeurs de réglage ont un effet très important sur les performances du MSD. Toujours démarrer avec les valeurs par défaut pour le réglage de la CI et effectuer ensuite les réglages spécifiques de l'application. Consulter le Tableau 12 pour connaître les valeurs par défaut de la boîte des limites des réglages. Ces limites ne sont utilisées que par l'Autotune. Il ne faut *pas* les confondre avec les paramètres saisis dans la boîte de dialogue d'édition des paramètres SM « Edit MS Parameters » ni avec ceux figurant sur le rapport de réglage.

Tableau 12 Valeurs par défaut des limites des réglages, utilisées par l'autoréglage CI seulement

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac	
Polarité des ions	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Abondance cible	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
Largeur cible	0,6	0,6	N/A	0,6	N/A	0,6
Maximum repousseur	4	4	N/A	4	N/A	4
Courant d'émission max., µA	240	50	N/A	50	N/A	50
Énergie des électrons max., eV	240	240	N/A	240	N/A	240

Remarques sur le Tableau 12 :

- **N/A -** Non Applicable. En PCI, il ne se forme pas d'ions de PFDTD sauf avec le méthane, c'est pourquoi l'autoréglage CI n'est pas applicable à ces configurations.
- **Polarité des ions -** Toujours commencer par la PCI/méthane, puis basculer sur la polarité d'ions et le gaz réactif souhaités.
- **Abondance cible -** Régler plus ou moins fort pour obtenir la hauteur de signal souhaitée. Une hauteur de signal supérieure produit également un bruit de fond plus important. Ce paramètre est réglé pour l'acquisition des données en modifiant la tension EMV dans la méthode.
- **Largeur de pic cible -** La sensibilité augmente avec la largeur de pic tandis que la résolution diminue et vice versa.
- **Courant d'émission max. -** Le courant d'émission maximal optimal pour la NCI dépend énormément du composé à analyser et doit être choisi empiriquement. Pour les pesticides par exemple, le courant d'émission optimal se situe souvent autour de 200 µA.

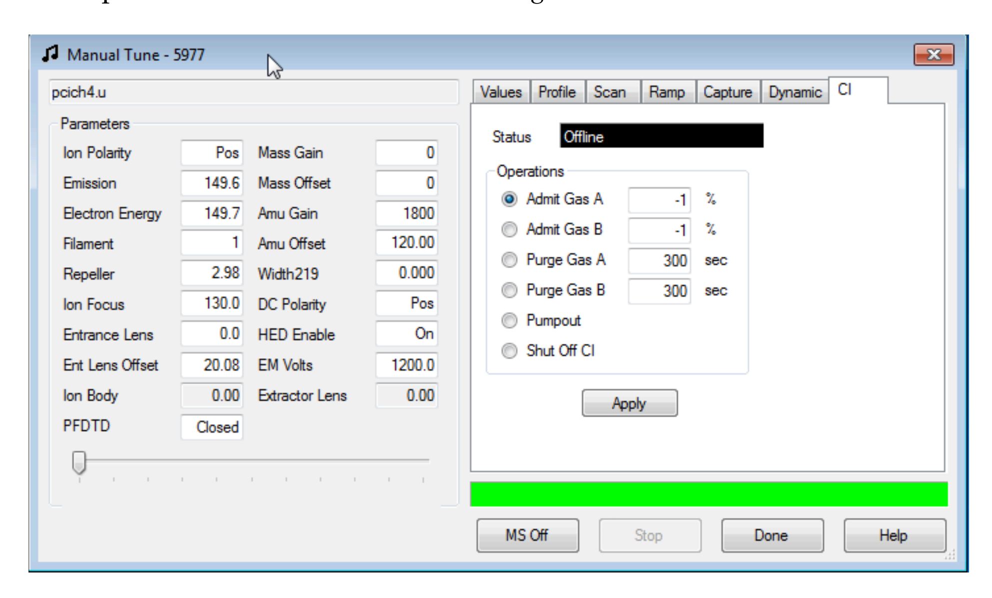
Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif

ATTENTION Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour quelque raison que ce soit, il faut étuver le spectomètre pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage.

ATTENTION Poursuivre l'autoréglage CI, en cas de fuite d'air dans le spectomètre ou en présence d'une signalisation d'eau importante, risque d'entraîner une contamination ***sévère*** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de ***mettre le spectomètre à l'air*** et de ***nettoyer la source d'ions***.

Procédure

1 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **CI Gas** pour définir les paramètres de contrôle du débit de gaz CI.



2 Dans la zone **Valve Settings**, sélectionnez un gaz réactif pour le fichier de réglage en cours. Sélectionner **Gas A Valve** ou **Gas B Valve** affiche la vanne de gaz **A** ou **B** dans le champ **Gas** et indique le nom du gaz dans le champ **Gas Name**.

Le système évacue les lignes de gaz pendant six minutes puis ouvre le gaz sélectionné (A ou B). Cela permet de réduire le mélange des différents gaz dans les lignes.

3 Saisir la consigne de pression du gaz réactif dans le champ **Flow**. Cette valeur doit être saisie sous forme d'un pourcentage de débit maximal. Le flux recommandé est de 20% pour une source PCI et de 40% pour une source NCI.

   Le régulateur de débit conserve en mémoire la consigne de débit de chacun des gaz. Lorsqu'un gaz est sélectionné, la carte électronique régule automatiquement sur la consigne de débit utilisée la fois précédente.

4 Pour appliquer le débit de gaz réactif **Shutoff Valve**.

   Le système coupe le débit du gaz qui était ouvert auparavant et laisse la vanne d'arrêt (Figure 20) ouverte. Cela permet d'évacuer les lignes de tout gaz résiduel. La durée d'évacuation type est de 6 minutes, ensuite la vanne d'arrêt est fermée.

Module de régulation de débit de gaz

Le module de régulation de débit de gaz réactif CI (Figure 20 et Tableau 13) régule le débit du gaz réactif qui s'écoule dans l'interface CPG/DDM CI. Le module de régulation est constitué d'un régulateur de débit massique (MFC), de vannes de sélection du gaz, d'une vanne d'admission du composé de référence CI, d'une vanne d'arrêt, de l'électronique de contrôle et du circuit gazeux.

Le panneau arrière est équipé de deux raccords d'entrée Swagelok, l'un pour le méthane (**CH4**) et l'autre (**OTHER**) pour un second gaz réactif. Le logiciel y fait respectivement référence sous les noms de **Gas A** et **Gas B**. Si le second gaz n'est pas utilisé, il faut obturer le raccord **OTHER** pour éviter une admission accidentelle d'air dans l'analyseur. Régler la pression d'entrée des gaz à une valeur de 170 à 205 kPa (25 à 30 psi).

La vanne d'arrêt empêche la contamination du module de régulation par l'air atmosphérique quand le DDM est mis à la pression atmosphérique ou par le PFTBA pendant le réglage en EI. Sur les moniteurs DDM, **1** correspond à **On** et **0** à **Off** (voir le Tableau 13).

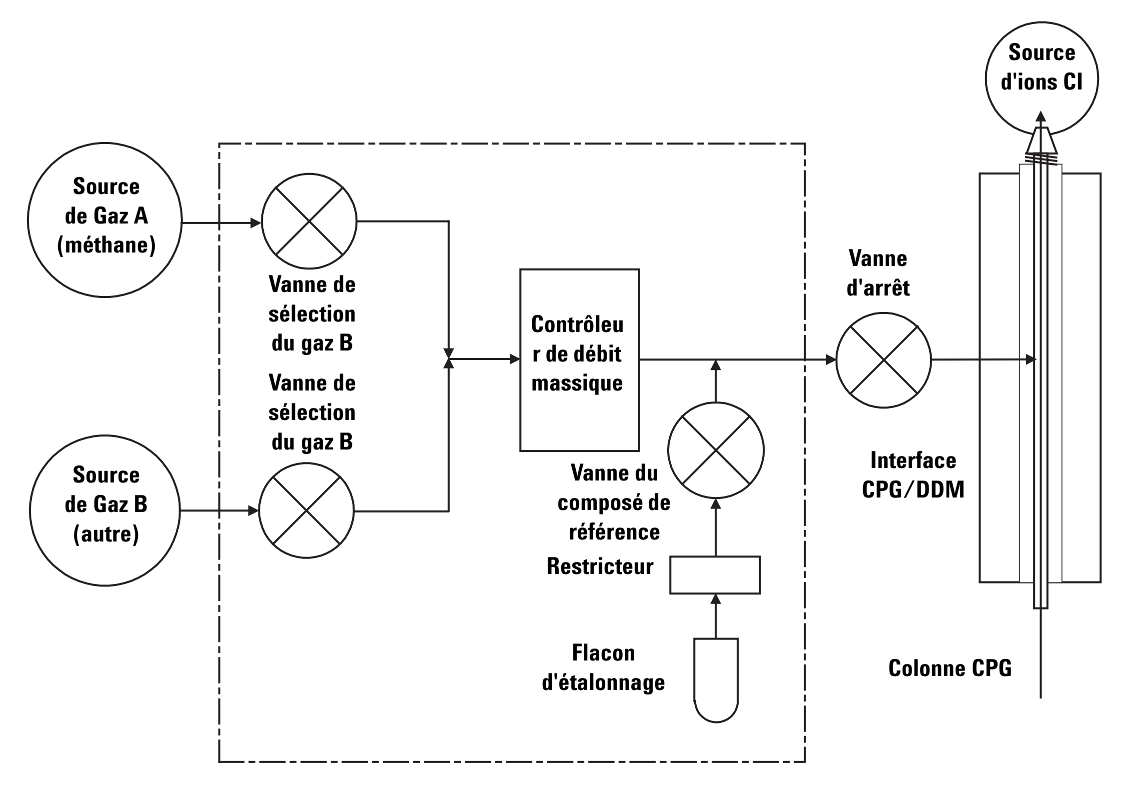


Figure 20 Schéma du module de régulation de débit des gaz de CI

Tableau 13 Tableau d'état du module de régulation de débit de gaz

Résultat	Débit gaz A	Débit gaz B	Balayage avec gaz A	Balayage avec gaz B	Évacuation du module de régulation	Mode Attente, à l'air ou EI
Gaz A	Ouverte	Fermée	Ouverte	Fermée	Fermée	Fermée
Gaz B	Fermée	Ouverte	Fermée	Ouverte	Fermée	Fermée

Tableau 13 Tableau d'état du module de régulation de débit de gaz

Résultat	Débit gaz A	Débit gaz B	Balayage avec gaz A	Balayage avec gaz B	Évacuation du module de régulation	Mode Attente, à l'air ou EI
Mass flow controller	Ouvert → consigne	Ouvert → consigne	Ouvert → 100 %	Ouvert → 100 %	Ouvert → 100 %	Fermé → 0 %
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée

Les états **Ouvert** et **Fermé** sont indiqués sur les moniteurs par **1** et **0** respectivement.

our régler le débit du gaz réactif méthane

Le débit de gaz réactif doit être réglé pour obtenir une stabilité maximale avant de commencer le réglage du système CI. Effectuer le réglage ***initial*** avec le méthane en mode ionisation chimique positive (PCI). Aucune procédure de réglage n'est disponible en NCI, car aucun ion de gaz réactif ne se forme.

Le réglage du débit du méthane de réaction se décompose en trois étapes : réglage initial du débit, préréglage sur les ions de gaz réactif, réglage fin du débit pour stabiliser les rapports des ions réactifs, pour le méthane, m/z 28/27.

Le système de données guide l'utilisateur au fil des étapes de la procédure de réglage.

Procédure

1 Si vous utilisez une source EI, lancez le réglage automatique standard, enregistrez le rapport et consignez la pression relevée. Voir la section “Pour régler le MSD en mode EI” on page 71.

2 Mettre le système à l'air. Voir la section “Mise à l'air du MSD” on page 57.

3 Installer la source CI. “Pour installer la source CI” on page 171.

4 Procédez au dégazage de l'injecteur. Voir la section “Pour mettre le MSD sous vide en mode CI” on page 107.

5 Attendez que la pression atteigne celle précédemment enregistrée pour le réglage automatique en mode EI. Voir la section “Surveillance de la pression du vide secondaire” on page 131.

6 Dans la fenêtre de réglage manuel « Manual Tune », sélectionnez **Bake out MSD** dans le menu **Execute** pour afficher la boîte de dialogue **Specify Bake Out parameters**. Laisser le processus s'exécuter pendant une durée minimale de 2 heures, réglez les autres paramètres et cliquez sur **OK** pour lancer le dégazage.

ATTENTION

Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour toute autre raison, il faut étuver le MSD pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage.

Poursuivre l'autoréglage CI en cas de fuite d'air dans le MSD, ou en présence d'une signalisation d'eau importante, risque d'entraîner une contamination ***sévère*** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de ***mettre le MSD à l'air*** et de ***nettoyer la source***.

7 Sélectionner l'option de mise sous vide, **Pump Down**, sous l'onglet **Vacuum** et suivre les instructions affichées par le système. Pour plus d'informations, voir l'aide en ligne du logiciel MassHunter.

   Le préréglage méthane règle l'instrument pour obtenir un rapport optimal des ions réactifs *m/z* 28/27 provenant du méthane.

8 Observer l'affichage des profils d'ions du gaz réactif.

   - Contrôler qu'il n'y a pas de pic visible à *m/z* 32. La présence d'un pic indique une fuite d'air. Réparer la fuite avant de poursuivre. Faire fonctionner le MSD en mode CI avec une fuite d'air contamine très rapidement la source.
   - Le pic à *m/z* 19 (eau protonée) est inférieur à 50% du pic à *m/z* 17.

9 À l'invite, cliquez sur **OK** pour effectuer le réglage de débit du méthane.

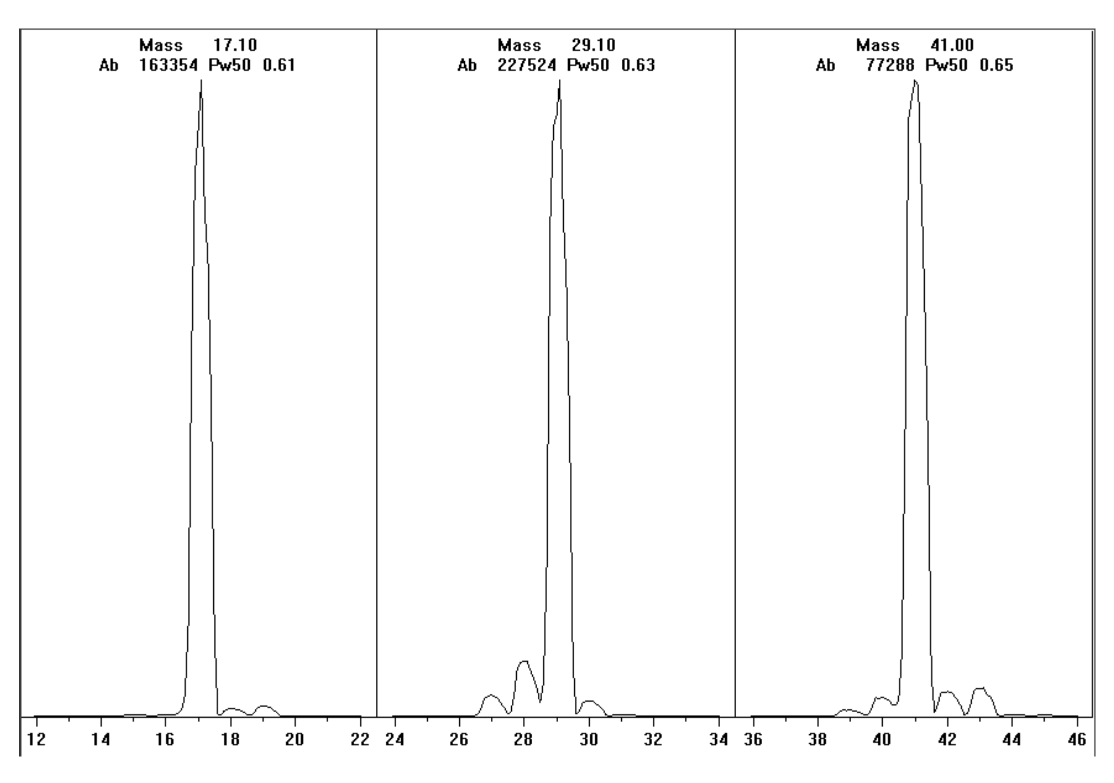


Figure 21 Profils des ions du gaz réactif

Préréglage du méthane après plus d'une journée d'étuvage

Remarquer la faible abondance à *m/z* 19 et l'absence de tout pic visible à *m/z* 32. Au démarrage, un DDM présente plus d'eau que sur cet exemple, mais l'abondance à *m/z* 19 doit tout de même être inférieure à 50 % de l'abondance à *m/z* 17.

Utilisation d'autres gaz réactifs

Cette rubrique décrit l'utilisation de l'isobutane et de l'ammoniac comme gaz réactif. Il faut être familiarisé avec le fonctionnement des DDM série 5975 équipés de la CI avec le méthane avant de tenter d'utiliser d'autres gaz réactifs.

ATTENTION Ne pas utiliser de protoxyde d'azote (oxyde nitreux) comme gaz réactif. Ce gaz réduit radicalement la longévité du filament.

En passant du méthane à l'isobutane ou à l'ammoniac, on modifie les processus chimiques d'ionisation et on obtient des ions différents. Les principales réactions d'ionisation chimique sont abordées dans l'*Annexe A*, "Théorie de l'ionisation chimique". Il est conseillé aux utilisateurs peu expérimentés de revoir ce chapitre avant de commencer.

ATTENTION On ne peut pas faire toutes les tâches de préparation dans tous les modes avec tous les gaz réactifs. Pour plus de détails, consulter le Tableau 14.

Tableau 14 Gaz réactifs

Gaz réactif/mode	**Masse des ions réactifs**	**PFDTD ions de référence**	**Ions régl. du débit : Rapport** DDM EI/PCI/NCI Pompe turbo "performance" Débit recommandé : 20 % en PCI 40 % en NCI
PCI/Méthane	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
NCI/Méthane	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
PCI/Isobutane	39, 43, 57	N/A	57/43: 5.0 – 30.0
NCI/Isobutane	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
PCI/Ammoniac	18, 35, 52	N/A	35/18: 0.1 – 1.0
NCI/Ammoniac	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* Il ne se forme pas d'ions de PFDTD sauf avec le méthane. Effectuer le réglage avec le méthane et utiliser les mêmes paramètres pour les autres gaz.

† Il ne se forme pas d'ions réactifs **négatifs**. Pour le préréglage en mode négatif, utiliser un ion du bruit de fond. 17 (OH-), 35 (Cl-) et 235 (ReO3-). Ces ions ne peuvent pas être utilisés pour régler le débit du gaz réactif. Régler le débit à 40 % en NCI et le retoucher ensuite pour obtenir des résultats convenables dans l'application.

CI/Isobutane

L'isobutane (C_4H_{10}) est utilisé couramment lorsqu'on veut diminuer la fragmentation dans le spectre d'ionisation chimique. L'affinité protonique de l'isobutane, supérieure à celle du méthane en est la cause. Par conséquent, le transfert d'énergie de la réaction d'ionisation est moindre.

L'adduction et le transfert de proton sont les mécanismes d'ionisation les plus souvent invoqués avec l'isobutane. L'échantillon lui-même détermine le mécanisme prédominant.

CI/ammoniac

L'ammoniac (NH_3) est couramment utilisé pour l'ionisation chimique lorsqu'on veut diminuer la fragmentation dans le spectre d'ionisation chimique. L'affinité protonique de l'ammoniac, supérieure à celle du méthane, en est la cause. Par conséquent, le transfert d'énergie de la réaction d'ionisation est moindre.

Étant donné que de nombreux composés analysés ont une affinité protonique insuffisante, les spectres d'ionisation chimique obtenus avec l'ammoniac résultent souvent de l'adduction d'un ion NH_4^+ et dans certains cas d'une perte d'eau consécutive à cette adduction. Les spectres des ions réactifs de l'ammoniac montrent des ions principaux à *m/z* 18, 35 et 52, correspondant à NH_4^+, $NH_4(NH_3)^+$ et $NH_4(NH_3)_2^+$.

Pour régler votre DDM pour l'ionisation chimique avec l'isobutane ou l'ammoniac, suivre la procédure ci-dessous :

Procédure

1 Effectuer d'abord un réglage automatique standard CI/méthane et PFDTD. Voir la section “Exécution d'un autoréglage en PCI (méthane seulement)” on page 125.

2 Dans la vue « Tune and Vacuum Control », dans le menu de réglage **Tune**, cliquez sur l'Assistant de réglage **Tune Wizard** et, à l'invite, sélectionnez **Isobutane** ou **Ammonia**. Cela adapte les menus au gaz choisi et sélectionne automatiquement les conditions de réglage par défaut correspondantes.

3 À l'invite, sélectionner **Gas B**. (les ports Isobutane et Ammonia sont raccordés). Suivre les instructions et les invites de l'assistant de réglage « Tune Wizard » et régler le débit sur 20%.

   Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs. Accepter la température par défaut et les autres réglages.

4 Dans le menu de réglage, régler le débit du gaz réactif en cliquant sur **Isobutane** (ou **Ammonia**).

En PCI, il n'y a pas d'autoréglage en CI/isobutane ni CI/ammoniac.

Pour effectuer des analyses en NCI avec l'isobutane ou l'ammoniac, charger le fichier **NCICH4.U** ou un fichier existant de réglage NCI pour le gaz choisi.

NOTE

Nous recommandons très vivement la lecture de la note d'application suivante : *Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5975 Series MSDs (Mise en œuvre de l'ionisation chimique à l'ammoniac sur le DDM série 5973 d'Agilent), réf. 5989-5170EN.*

ATTENTION

L'utilisation de l'ammoniac a une influence sur les périodicités de maintenance du DDM. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section “Maintenance CI” .

ATTENTION

La pression d'alimentation en ammoniac doit être inférieure à 35 kPa (5 psig). Une pression plus élevée pourrait entraîner une condensation de l'ammoniac.

S'assurer que la bouteille d'ammoniac est toujours placée verticalement et au-dessous du niveau du module de régulation. Faire quelques spires verticales avec le tube d'alimentation en ammoniac en l'enroulant autour d'une boîte ronde ou d'une bouteille. Cela évitera que de l'ammoniac liquéfié parvienne jusqu'au module de régulation.

L'ammoniac attaque l'huile de la pompe primaire et les joints. L'utilisation de la CI/Ammoniac nécessite un entretien plus fréquent du système de vide. (Consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du DDM série 5975 intitulé "5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual".)

ATTENTION

L'utilisation quotidienne d'ammoniac pendant plus de cinq heures nécessite de faire tourner la pompe primaire avec un balayage d'air (lest d'air) au moins une heure par jour pour prévenir la détérioration accélérée des joints. Il faut toujours purger le DDM avec du méthane après avoir utilisé l'ammoniac.

On utilise fréquemment un mélange de 5 % d'ammoniac et 95 % d'hélium ou 5 % d'ammoniac et 95 % de méthane comme gaz réactif de CI. Il y a alors suffisamment d'ammoniac pour permettre une bonne ionisation chimique tout en réduisant les effets négatifs.

Dioxyde de carbone CI

Le dioxyde de carbone est souvent utilisé comme gaz réactif en CI. Il possède des avantages évidents en termes de disponibilité et de sécurité.

Procédure de passage de la source CI à la source EI

Procédure

1 Mettre le DDM à la pression atmosphérique depuis la vue de réglage "Tune and Vacuum Control". Voir page 78. Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur.
3 Sortir le cône d'étanchéité CI de l'interface. Voir page 165.
4 Déposer la source CI. Voir page 164.
5 Installer la source EI. Voir page 156.
6 Placer la source CI et le cône d'étanchéité dans la boîte de stockage.
7 Évacuer le DDM. Voir page 96.
8 Charger le fichier de réglage EI.

ATTENTION Toujours porter des gants propres pour manipuler l'analyseur ou toute autre pièce normalement placée à l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur.

ATTENTION Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées ***avant*** de toucher les composants de l'analyseur.
Voir page 137.

Réglage automatique en mode CI

Après avoir réglé le débit de gaz réactif, il faut régler les lentilles et l'électronique du DDM (Tableau 15). Le Perfluoro-5,8-diméthyl-3,6,9-trioxidodécane (PFDTD) est utilisé comme composé de référence. Au lieu d'envoyer du PFDTD dans l'ensemble de l'enceinte, on l'introduit correctement dans la chambre d'ionisation par l'interface CPG/DDM au moyen du module de régulation des débits.

ATTENTION Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour toute autre raison, il faut étuver le DDM pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage. Un étuvage prolongé est recommandé avant d'analyser des échantillons demandant une optimisation de la sensibilité.

L'autoréglage en PCI est disponible uniquement avec le méthane car, avec les autres gaz, le PFDTD ne produit pas d'ions en mode PCI. Les ions PFDTD sont visibles en NCI avec tous les gaz réactifs. Quel que soit le gaz réactif que l'on souhaite utiliser pour l'analyse, il faut toujours effectuer un réglage préalable en PCI avec le méthane.

Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi.

Si la tension du multiplicateur "EMVolts" est au-dessus de 2 600 V, il y a néanmoins un problème. Si la méthode nécessite de régler le multiplicateur d'électrons à une tension "EMVolts" de "+400" la sensibilité de l'acquisition peut s'avérer insuffisante.

ATTENTION Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir page 80. Commencer par régler le DDM en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Tableau 15 Réglages du gaz réactif

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac		EI
Polarité des ions	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative	N/A
Émission	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
Énergie des électrons	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Filament	1	1	1	1	1	1	1 ou 2
Repousseur	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Lentille de focalisation des ions	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Décalage de la lentille d'entrée	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volts EM	1 200	1 400	1 200	1 400	1 200	1 400	1 300
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée
Gaz sélectionné	A	A	B	B	B	B	Aucun
Débit conseillé	20 %	40 %	20 %	40 %	20 %	40 %	N/A
Temp source	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
Temp Quad	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
Temp interface	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
Autoréglage	Oui	Oui	Non	Oui	Non	Oui	Oui

N/A Non Applicable

Exécution d'un autoréglage en PCI (méthane seulement)

ATTENTION Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir page 80. Commencer par régler le DDM en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

1 Commencer par vérifier que le DDM fonctionne correctement en mode EI. Voir page 80.
2 Charger le fichier de réglage **PCICH4.U** (ou un autre fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé).

   Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs.
3 Accepter les valeurs par défaut.
4 Effectuer le réglage pour le méthane. Voir page 114.
5 Dans le menu de réglage "Tune", cliquer sur **CI Autotune**.

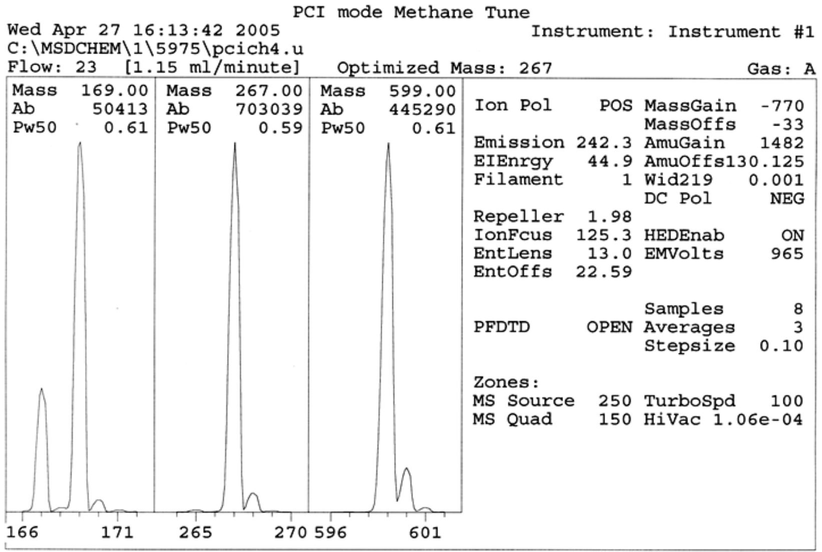
ATTENTION Éviter de régler l'appareil plus souvent que le strict nécessaire. Cela permet de réduire le bruit de fond de PFDTD et d'éviter une contamination inutile de la source.

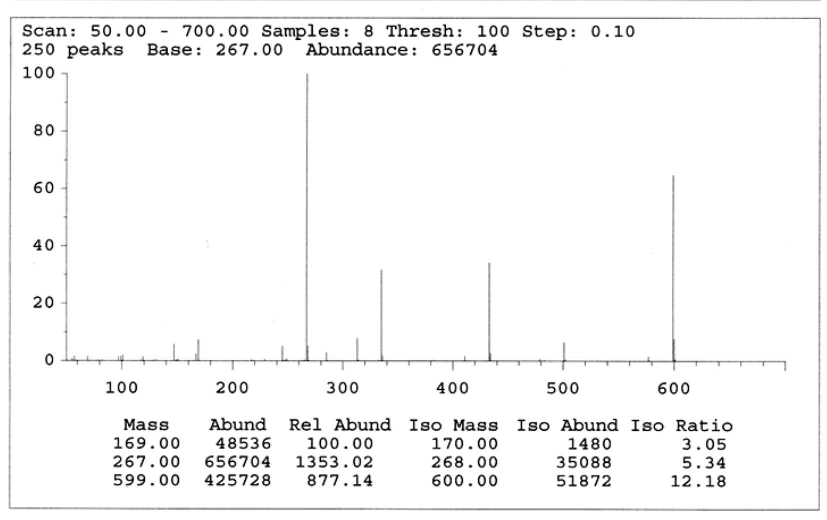
Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi (Figure 22). Si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMVolts) égale ou supérieure à 2 600 V, il est possible que les données ne soient pas acquises correctement si la méthode indique qu'il faut régler le multiplicateur à une tension EMVolts "+400" ou plus.

Le rapport d'autoréglage donne des informations concernant la présence d'air et d'eau dans le système.

Le rapport 19/29 indique l'abondance de l'eau.

Le rapport 32/29 indique l'abondance de l'oxygène.





Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
169.00	48536	100.00	170.00	1480	3.05
267.00	656704	1353.02	268.00	35088	5.34
599.00	425728	877.14	600.00	51872	12.18

CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00
28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08
41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

Figure 22 Autoréglage PCI

Exécution d'un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir page 80. Toujours commencer par configurer le DDM CI en PCI/Méthane, même si un gaz réactif différent ou le mode NCI doivent être utilisés ensuite.

Procédure

1 Depuis la vue de réglage "Tune and Vacuum Control", charger le fichier **NCICH4.U** (ou un autre fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé).

2 Dans le menu d'initialisation du réglage "Setup", sélectionner l'assistant de réglage **CI Tune Wizard** et se laisser guider par le programme.

   Accepter la température par défaut et les autres réglages.

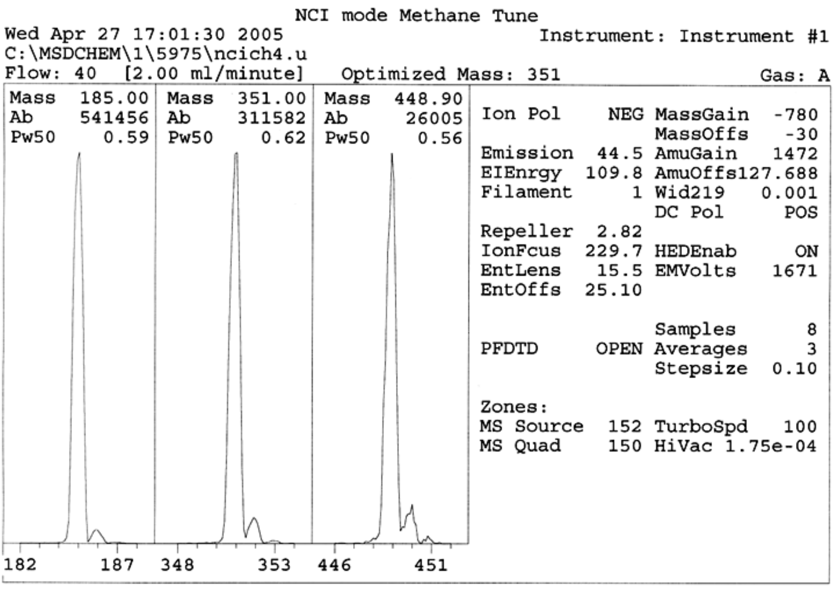
   Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs.

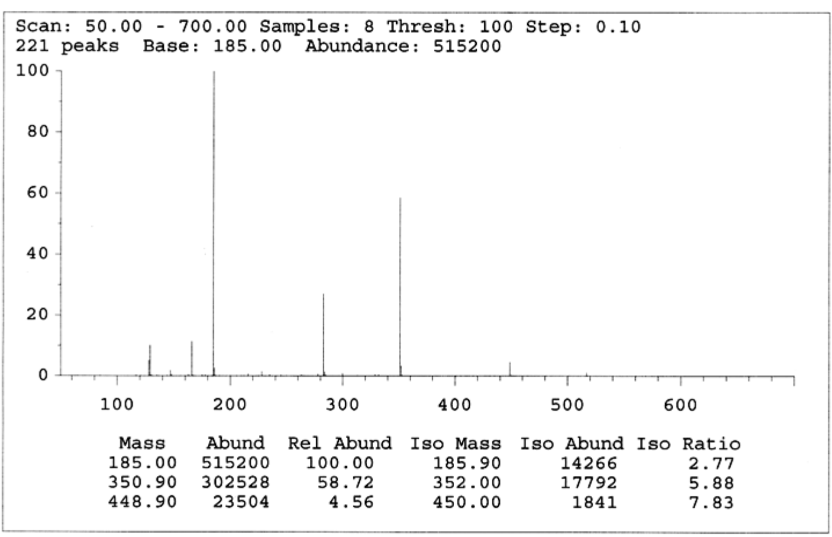
3 Dans le menu de réglage "Tune", cliquer sur **CI Autotune**.

ATTENTION

Éviter de régler l'appareil plus souvent que le strict nécessaire. Cela permet de réduire le bruit de fond de PFDTD et d'éviter une contamination inutile de la source.

Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi (Figure 23). Si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMVolts) égale ou supérieure à 2 600 V, il est possible que les données ne soient pas acquises correctement si la méthode indique qu'il faut régler le multiplicateur à une tension EMVolts "+400" ou plus.





Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
185.00	515200	100.00	185.90	14266	2.77
350.90	302528	58.72	352.00	17792	5.88
448.90	23504	4.56	450.00	1841	7.83

Figure 23 Autoréglage NCI

Vérification des performances en PCI

Fournitures nécessaires

- Benzophénone, 100 pg/µL (8500-5440)

ATTENTION Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir page 80. Commencer par régler le DDM en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

1 Commencer par vérifier que le DDM fonctionne correctement en mode EI.
2 S'assurer que le fichier de réglage **PCICH4.U** est chargé.
3 Sélectionner **Gas A** et régler le débit à 20 %.
4 Configurer le DDM en CI depuis la vue de réglage "Tune and Vacuum Control". Voir page 123.
5 Exécuter l'autoréglage CI. Voir page 123.
6 Exécuter la méthode de mesure de la sensibilité PCI **BENZ_PCI.M** avec 1 µL de benzophénone à 100 pg/µL.
7 Vérifier que le système est conforme aux spécifications de sensibilité publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Vérification des performances en NCI

Cette procédure concerne ***uniquement*** les DDM EI/PCI/NCI.

Fournitures nécessaires

- Octafluoronaphthalène (OFN), 100 fg/µL (5188-5347)

ATTENTION Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir page 80. Commencer par régler le DDM en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

1 Commencer par vérifier que le DDM fonctionne correctement en mode EI.

2 Charger le fichier de réglage **PCICH4.U** et accepter les températures de consigne.

3 Sélectionner **Gas A** et régler le débit à 40 %.

4 Lancer un autoréglage CI depuis la vue de réglage "Tune and Vacuum Control". Voir page 127.

   Remarquer qu'il n'existe pas de critères de "réussite" de l'autoréglage en CI. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi.

5 Exécuter la méthode de mesure de la sensibilité NCI : OFN_NCI.M avec 2 µL d'OFN à 100 fg/µL.

6 Vérifier que le système est conforme aux spécifications de sensibilité publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Surveillance de la pression du vide secondaire

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène et qu'il existe une possibilité que de l'hydrogène se soit accumulé dans l'enceinte, ne pas allumer la micro-jauge à ionisation. Lire la rubrique “Précautions relatives à l'hydrogène” avant de faire fonctionner le DDM avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

1 Démarrer et évacuer le DDM. Voir page 107.
2 Depuis la vue de réglage "Tune and Vacuum Control", sélectionner la rubrique de fermeture de la vanne à vide **Turn Vacuum Gauge on/off** du menu du vide "Vacuum".
3 La vue de commande de l'instrument "Instrument Control" permet de surveiller la pression en configurant une fenêtre de surveillance "MS Monitor". Il est également possible de lire la pression sur le LCP ou l'écran de réglage manuel "Manual Tune".

Le contrôleur de jauge ne s'allume pas tant que la pression de l'enceinte DDM est au-dessus d'environ 8×10^{-3} torr. Le contrôleur de jauge est étalonné pour l'hydrogène, cependant toutes les pressions indiquées dans ce manuel sont des pressions d'hélium.

C'est le débit de gaz vecteur (colonne) qui a la plus grande influence sur la pression de travail. Le Tableau 16 donne les pressions-types pour différentes valeurs du débit. La valeur de ces pressions est approximative et varie d'un instrument à l'autre.

Pressions-types observées

Utilisation de la micro-jauge à vide à ionisation G3397A. Remarquer que le régulateur de débit massique est étalonné pour le méthane et que la jauge à vide est étalonnée pour l'azote, ces mesures ne sont donc pas précises, mais sont une indication utile pour apprécier les pressions-types observées (Tableau 16). Elles ont été relevées dans les conditions suivantes. Remarquer qu'il s'agit de températures-types de PCI :

Température de la source	250 °C
Température du quadripôle	150 °C
Température d'interface	280 °C
Débit de gaz vecteur hélium	1 mL/min

Tableau 16 Débit et pression lus

	Pression (torr)	
	Méthane	**Ammoniac**
MFC (%)	DDM EI/PCI/NCI (pompe turbo "performance")	DDM EI/PCI/NCI (pompe turbo "performance")
10	$5,5 \times 10^{-5}$	5×10^{-5}
15	8×10^{-5}	7×10^{-5}
20	1×10^{-4}	$8,5 \times 10^{-5}$
25	$1,2 \times 10^{-4}$	1×10^{-4}
30	$1,5 \times 10^{-4}$	$1,2 \times 10^{-4}$
35	2×10^{-4}	$1,5 \times 10^{-4}$
40	$2,5 \times 10^{-4}$	2×10^{-4}

Il faut se familiariser avec les mesures de son ***propre*** système, dans des conditions normales de fonctionnement et surveiller les ***modifications*** qui peuvent indiquer un problème de vide ou de débit gazeux. Les mesures varient normalement de 30 % d'un DDM et contrôleur de jauge à l'autre.

5
Maintenance courante

Avant de commencer 134
Maintenance du système de vide 139
Remplacement des fusibles primaires 140
Dépose de la source 142
Pour démonter la source EI standard ou inerte 145
Pour nettoyer la source EI 147
Pour assembler une source EI standard ou inerte 150
Pour remplacer un filament dans une source EI 153
Repose de la source EI 156
Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons 158

Avant de commencer

L'utilisateur peut effectuer lui-même une grande partie de la maintenance du DDM. Pour sa sécurité, l'utilisateur doit lire attentivement et complètement cette introduction avant d'entreprendre quelque intervention que ce soit.

Maintenance planifiée

Les travaux d'entretien courant sont répertoriés dans le Tableau 17. Le respect du calendrier d'entretien permet d'éviter certains problèmes de fonctionnement, d'allonger la durée de vie du système et d'en réduire le coût d'exploitation.

Conserver un journal des performances du système (rapports de réglage) et des travaux de maintenance exécutés. Cela facilite l'identification des comportements anormaux et la mise en place des actions correctives.

Tableau 17 Calendrier de maintenance

Tâche	Hebdomadaire	Semestrielle	Annuelle	Selon besoin
Réglage du DDM				X
Contrôle du niveau d'huile de pompe primaire	X			
Contrôle du/des flacon(s) de référence		X		
Remplacement de l'huile de pompe primaire*		X		
Remplacement de l'huile de pompe à diffusion			X	
Contrôle de la pompe primaire sèche				X
Nettoyage de la source				X
Contrôle du/des piège(s) du gaz vecteur du CPG et du DDM				X
Remplacement des pièces usées				X
Lubrification de la plaque latérale et des joints toriques de la vanne de mise à l'air†				X
Remplacement de l'alimentation en gaz réactif CI				X
Remplacement des alimentations en gaz CPG				X

* Trimestriellement pour les DDM avec CI/Ammoniac.

† Il ne faut pas lubrifier les joints sauf ceux de la plaque latérale et de la vanne de mise à l'air. La lubrification des autres joints pourrait empêcher un fonctionnement correct.

Outillage, pièces de rechange et fournitures

Certains des outils, des pièces détachées et des fournitures nécessaires sont inclus dans les kits d'entretien livrés avec le CPG, le DDM ou les outils du DDM. Les autres sont à la charge de l'utilisateur. Chaque procédure de maintenance comprend la liste des matériels nécessaires à cet effet.

Précautions avec les hautes tensions

Lorsque le DDM est raccordé au secteur, même avec l'interrupteur en position arrêt, les points suivants sont portés à des tensions potentiellement dangereuses (120 VCA ou 200/240 VCA) :

- câblage et fusibles entre le point d'entrée du cordon secteur et l'interrupteur de mise en marche

Lorsque l’interrupteur est en position de marche, il existe aussi des tensions dangereuses sur :

- les cartes électroniques,
- le transformateur torique,
- les fils reliant les cartes entre elles,
- fils de liaisons et câbles entre ces cartes et les connecteurs du panneau arrière du DDM,
- certains connecteurs du panneau arrière (par exemple, la prise femelle de branchement de la pompe primaire).

Normalement, toutes ces parties sont protégées par des capots. Avec les capots en place, il devrait être assez difficile d'entrer en contact accidentellement avec ces tensions dangereuses.

AVERTISSEMENT **Ne pas entreprendre de maintenance une fois le DDM en marche ni lorsque le cordon secteur est branché sauf dans le cadre des instructions des procédures décrites dans ce chapitre.**

Certaines des procédures décrites ici nécessitent d'accéder à l'intérieur du DDM avec l'interrupteur en position marche. Les capots de protection de l'électronique doivent rester en place car aucune de ces procédures ne nécessite de les retirer. Pour réduire les risques d'électrocution, suivre les procédures scrupuleusement.

Températures dangereuses

De nombreuses parties du CPG/DDM fonctionnent ou sont portées à des températures suffisamment hautes pour provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- Interface CPG/DDM
- Pièces de l'analyseur
- Pompes à vide

AVERTISSEMENT **Ne jamais toucher les pièces concernées tandis que le DDM est en marche. Une fois que le DDM est arrêté, attendre qu'elles refroidissent suffisamment longtemps pour pouvoir être manipulées.**

AVERTISSEMENT **Le chauffage de l'interface CPG/DDM est alimenté par une zone chauffée du CPG. Le chauffage de l'interface peut être alimenté et atteindre une température dangereuse très élevée même si le DDM est arrêté. L'interface CPG/DDM est bien isolée. Elle refroidit très lentement après avoir été coupée.**

AVERTISSEMENT **En touchant la pompe primaire en fonctionnement, on risque de se brûler. Elle est équipée d'un capot de sécurité qui empêche de l'atteindre.**

Les injecteurs et le four du CPG fonctionnent également à des températures très élevées. Agir avec la même circonspection avec ces organes. Pour plus d'informations, consulter la documentation fournie avec le CPG.

Résidus chimiques

Seule une petite partie de l'échantillon est ionisée dans la source. La plus grande partie de tous les échantillons traverse la source sans être ionisée. Ils sont évacués par le système de vide. En conséquence, ce qu'il reste du gaz vecteur et des échantillons se retrouve dans le conduit d'évacuation de la pompe primaire. Un brouillard d'huile de pompe primaire s'échappe également par son conduit d'évacuation.

Un piège à huile est fourni avec la pompe primaire standard. Ce piège récupère ***uniquement*** les gouttelettes d'huile en suspension. Il ***ne peut pas*** retenir les autres produits chimiques. Pour l'analyse de solvants et d'échantillons toxiques, il ne faut pas utiliser ce piège à huile. Pour toutes les pompes primaires, il faut installer un tuyau d'évacuation qui relie la pompe à l'extérieur directement ou via une hotte aspirante. Pour la pompe primaire standard, l'installation de ce tuyau nécessite de retirer le piège. Vérifier que l'installation est conforme à la réglementation locale sur la qualité de l'air.

AVERTISSEMENT **Le piège fourni avec la pompe primaire standard ne retient que l'huile de pompe primaire. Il ne piège ni ne filtre les produits chimiques toxiques. Pour l'analyse de solvants et d'échantillons toxiques, il faut retirer ce piège à huile. Ne pas utiliser ce piège avec DDM CI. Mettre un tuyau d'évacuation en place rejoignant l'extérieur ou une hotte aspirante.**

Les fluides que contiennent la pompe à diffusion ou la pompe primaire standard concentrent également des traces des échantillons analysés. Tout fluide de pompe usagé doit être considéré comme potentiellement dangereux et manipulé en conséquence. Se débarrasser des fluides usagés dans le respect de la réglementation locale.

AVERTISSEMENT **Pour remplacer le fluide d'une pompe, mettre des gants résistant aux produits chimiques concernés et des lunettes de sécurité. Éviter d'entrer en contact direct avec le fluide.**

Décharge électrostatique

Toutes les cartes électroniques du DDM contiennent des composants qui peuvent être endommagés par décharge électrostatique (ESD). Ne pas manipuler ni toucher les cartes sauf en cas de nécessité absolue. En outre, les fils, les câbles et autres points de contacts sont susceptibles de véhiculer les décharges électrostatiques jusqu'aux cartes auxquelles ils sont reliés. C'est particulièrement vrai des fils de contact du filtre de masse (quadripôle) qui peuvent conduire les décharges aux composants sensibles de la carte latérale. Les dégâts provoqués par l'ESD n'engendreront pas forcément une panne immédiate, mais une diminution graduelle des performances et de la stabilité du DDM.

Pour travailler sur ou à proximité de cartes électroniques sur des composants avec des fils, des contacts, des câbles reliés à des cartes, toujours porter un bracelet antistatique et prendre toute mesure préventive applicable. Le bracelet électrostatique devrait être relié à une bonne prise de terre. Si ce n'est pas possible, le relier à une partie conductrice (métallique) de l'ensemble sur lequel l'intervention a lieu et ***non pas*** à des composants électroniques, des fils ou des pistes imprimées nues, ni enfin des broches de connecteur.

Pour travailler sur des composants ou des sous-ensembles ayant été séparés du DDM, prendre des précautions spécifiques comme l'utilisation d'un tapis antistatique mis à la masse. L'analyseur lui-même est l'un de ces sous-ensembles.

ATTENTION

Pour être efficace, un bracelet antistatique doit être exactement ajusté (sans serrer). Un bracelet non ajusté ne fournit qu'une faible protection, voire aucune.

Les précautions ESD ne sont pas toujours 100 % efficaces. Limiter au strict minimum les manipulations des cartes électroniques et toujours les prendre par les bords. Ne jamais toucher les composants, les pistes non protégées, ni les broches des connecteurs et des câbles.

Maintenance du système de vide

Entretien périodique

Comme stipulé précédemment, Tableau 17, certaines tâches de maintenance du système de vide doivent être réalisées périodiquement. Parmi elles :

- le contrôle (hebdomadaire) du niveau d'huile de la pompe primaire,
- le contrôle (semestriel) du niveau du/des flacon(s) de composé de référence,
- le dégazage de la pompe primaire (quotidien avec l'utilisation d'ammoniac comme gaz de CI),
- le changement (semestriel, trimestriel avec l'utilisation d'ammoniac comme gaz de CI) de l'huile de pompe primaire,
- le serrage de contrôle des vis du carter à huile de pompe primaire (au premier remplacement suivant l'installation),
- le remplacement (annuel) de l'huile de pompe à diffusion,
- le remplacement (généralement tous les 3 ans) de la pompe primaire sèche.

Le non-respect du calendrier d'entretien peut entraîner une diminution des performances de l'instrument. Cela peut également endommager l'instrument.

Autres procédures

Les tâches de maintenance comme le remplacement d'une jauge à vide primaire ou de la micro-jauge à ionisation sont effectuées uniquement en cas de besoin. Consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective des DDM série 5975, intitulé *"5975 Series MSD Maintenance and Troubleshooting"* ainsi que l'aide en ligne du logiciel de la ChemStation du DDM pour les symptômes indicatifs de la nécessité de telles maintenances.

Informations complémentaires disponibles

Pour plus d'informations sur l'architecture et le fonctionnement du système de vide et de ses composants, consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective des DDM série 5975, intitulé *"5975 Series MSD Maintenance and Troubleshooting"*.

Des clips vidéo illustrant la plupart des procédures décrites dans ce chapitre sont disponibles sur les DVD Agilent intitulés "GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities" et "5975 Series MSD User Information".

Remplacement des fusibles primaires

Fournitures nécessaires

- Fusible, T12,5A, 250 V (2110-1398) – 2 requis
- Tournevis, tête plate (8730-0002)

La cause la plus probable de panne des fusibles primaires est un problème de la pompe de refoulement. Si les fusibles primaires tombent en panne dans votre DDM, veuillez vérifier la pompe de refoulement.

Procédure

1 Purgez le DDM et débranchez le câble d'alimentation de la prise secteur.

Si l'un des fusibles primaires tombe en panne, le DDM est hors tension, mais nous vous conseillons de malgré tout débrancher le DDM pour des raisons de sécurité et de déconnecter le câble d'alimentation. Il n'est pas nécessaire de faire pénétrer de l'air dans la chambre de l'analyseur.



Ne remplacez jamais les fusibles primaires si le DDM est relié à une source de tension.

AVERTISSEMENT

Si vous utilisez de l'hydrogène comme gaz vecteur du CPG, une panne de l'alimentation électrique peut causer son accumulation dans la chambre de l'analyseur. Dans ce cas, des mesures de sécurité supplémentaires sont nécessaires. **Voir la section “Précautions relatives à l'hydrogène” page 15.**

---

2 Tournez l'un des disjoncteurs (Figure 24 on page 141) dans le sens antihoraire jusqu'à ce qu'il déclenche. Les disjoncteurs fonctionnent avec des ressorts.

3 Retirez l'ancien fusible du disjoncteur.

4 Installez un nouveau fusible dans le disjoncteur.

5 Réinstallez le disjoncteur.

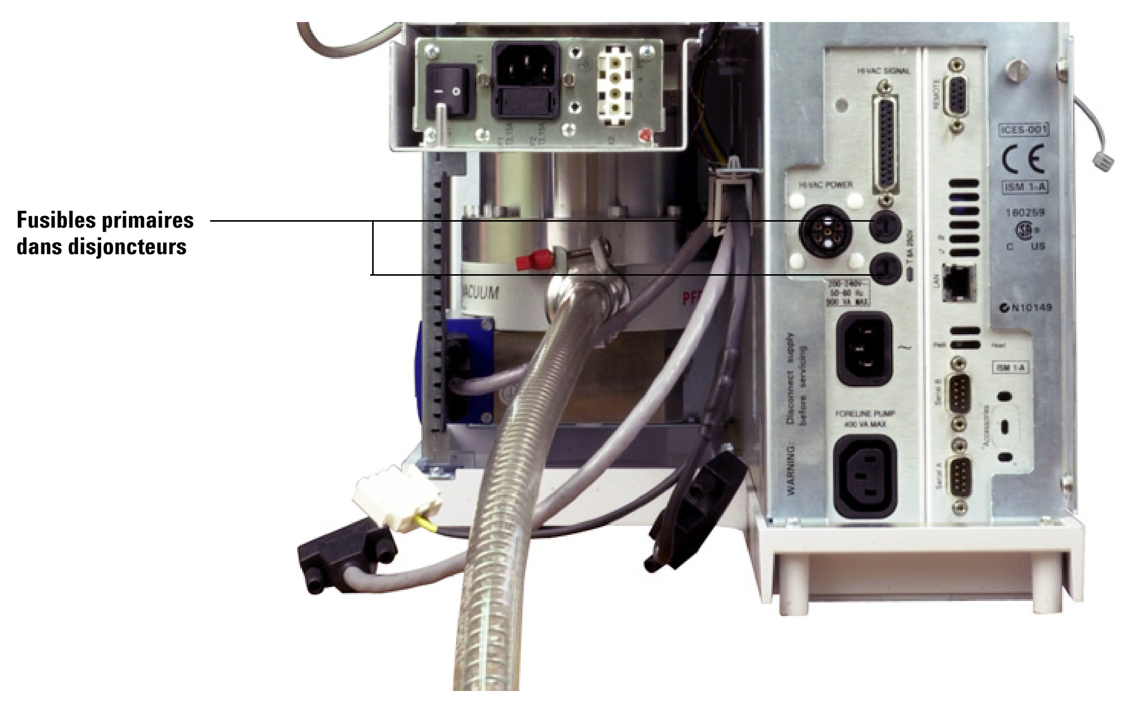


Figure 24 Fusibles primaires

6 Répétez les étapes 3 à 5 pour l'autre fusible. Remplacez toujours les deux fusibles.

7 Rebranchez le câble secteur du DDM dans la prise murale.

Évacuer le DDM.

Dépose de la source

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



1 Mettre le DDM à l'air. Voir page 80.
2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir page 89.

   Ne pas oublier de porter le bracelet antistatique ni de prendre les précautions anti-ESD recommandées avant de toucher les composants de l'analyseur.
3 Débrancher les 7 fils de la source. Ne pas plier les fils plus que nécessaire (Figure 25 et Tableau 18).

Tableau 18 Fils de connexion de la source

Couleur de fil	Connecté à	Nombre de conducteurs
Bleu	Lentille d'entrée	1
Orange	Lentille de focalisation des ions	1
Blanc	Filament 1 (filament de dessus)	2
Rouge	Repousseur	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2

ATTENTION

Tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

4 Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte des traversées électriques. Les débrancher à cet endroit.

5 Déposer les vis moletées de fixation de la source.

6 Sortir la source du radiateur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

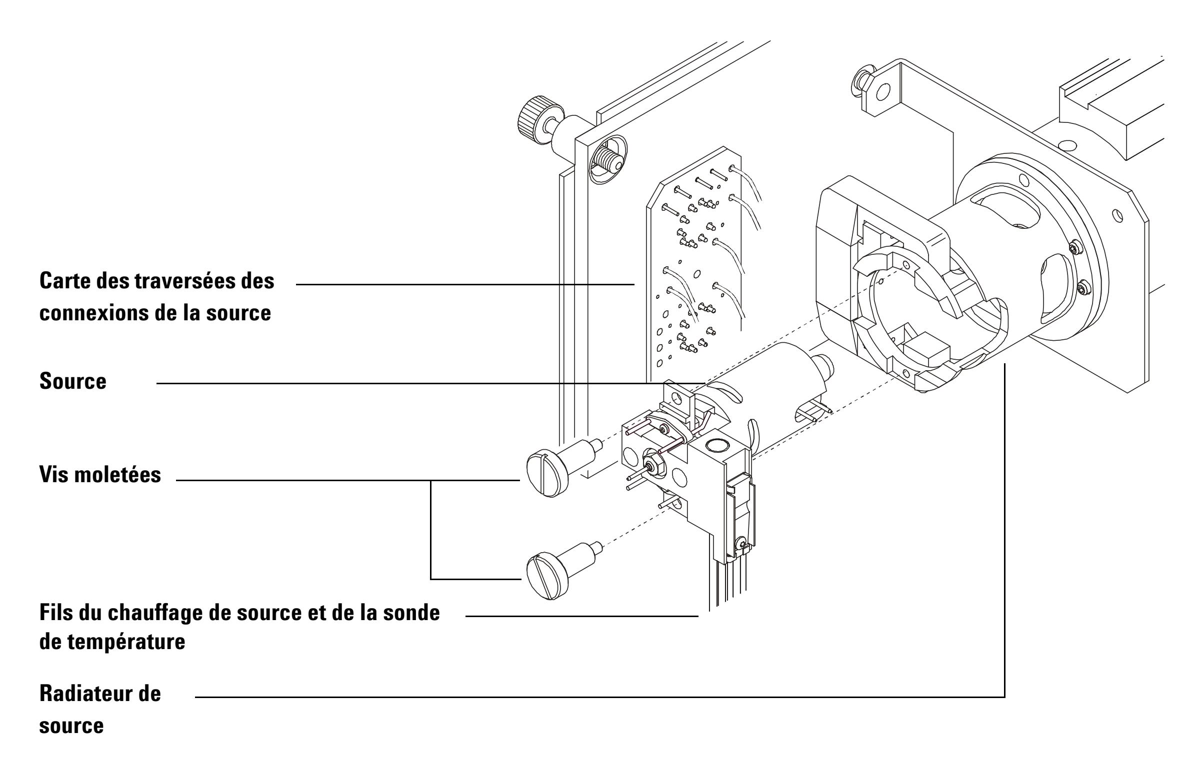


Figure 25 Dépose de la source

Pour démonter la source EI standard ou inerte

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure

1 Dépot de la source ionique. Voir la section “Pour démonter la source EI standard ou inerte” page 145.

2 Retirer les deux vis dorées des filaments, puis retirer les filaments de la source. Voir la section Figure 26.



3 Serrer les deux vis dorées plates du bloc de chauffage de la source et séparer le repoussoir du corps de la source. Le repoussoir est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repoussoir et des pièces connexes.

4 Retirer l'écrou et les rondelles du repoussoir, puis déposer le repoussoir du bloc de chauffage de la source.

5 Retirer les isolants du repoussoir, puis retirer la cartouche du bloc repoussoir du bloc de chauffage de la source

6 Dévisser les vis plates dorées situées sur la partie latérale du corps de la source.

7 Appuyer sur la plaque-tiroir pour déposer la lentille d’entrée, la lentille de focalisation des ions, le cylindre modulable et la plaque modulable situés à l'autre extrémité du corps de la source.

8 Dévisser la prise interface. Une clé plate de 10 mm est adaptée aux parties plates de la prise interface.

9 Retirer la lentille à l'entrée et la lentille de focalisation des ions de l'isolant de lentille.

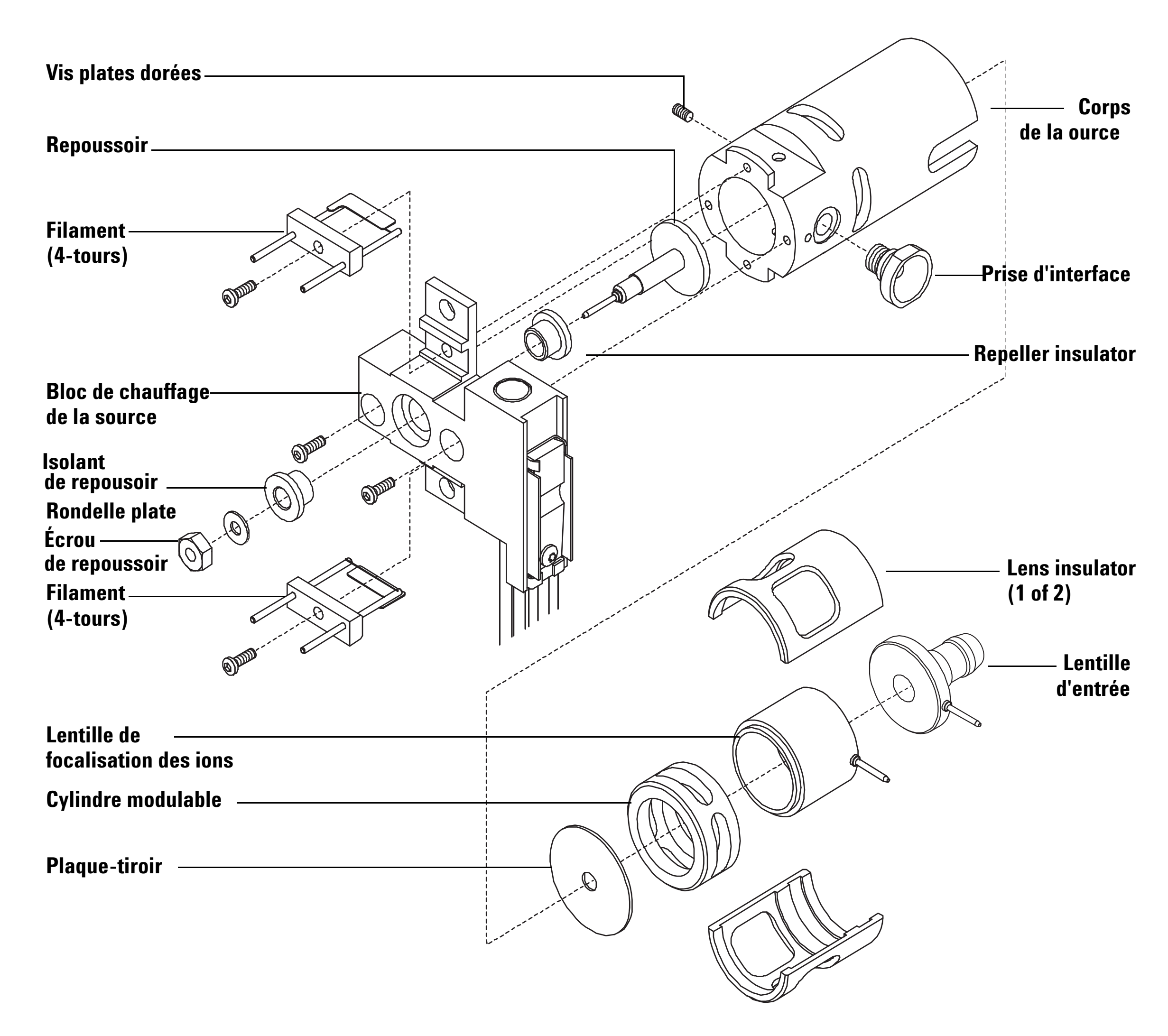


Figure 26 Pour démonter la source EI standard ou inerte

Pour nettoyer la source EI

Fournitures nécessaires

- Papier de verre (5061-5896)
- Poudre d'alumine abrasive (8660-0791)
- Feuille d'aluminium, nettoyage
- Tissus, nettoyage (05980-60051)
- Écouvillons en coton (5080-5400)
- Béchers de verre, 500 ml
- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
  - Acétone, qualité réactive
  - Méthanol, qualité réactive
  - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain ultrasonique

Préparation

1 Démonter la source ionique. Voir la section “Repose de la source EI” page 156 ou “Pour démonter la source EI standard ou inerte” page 145.



2 Rassembler les pièces suivantes d'une source EI standard ou inerte pour les nettoyer : (Figure 26)
  - Repoussoir
  - Prise d'interface
  - Corps de la source
  - Plaque-tiroir
  - Cylindre modulable
  - Lentille de focalisation des ions
  - Lentille d'entrée

Il s'agit des pièces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions. En principe, les autres pièces ne requièrent pas de nettoyage.

ATTENTION Si les isolants sont sales, les nettoyer avec un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Si cela ne suffit pas à nettoyer les isolants, il convient de les remplacer. Ne nettoyez pas les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.

Procédure

ATTENTION Ni les filaments, ni le chauffage de la source, ni les isolants ne peuvent être nettoyés à l'aide d'ultrasons. Remplacer ces composants en cas de contamination importante.

1 En cas de contamination extrême, telle qu'un reflux d'huile dans l'analyseur, envisagez sérieusement de remplacer les pièces contaminées.

2 Nettoyer, à l'aide de produits abrasifs, les surfaces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions.

   Utiliser une pâte abrasive de poudre d'alumine et un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Frotter suffisamment fort pour éliminer toute trace de décoloration. Le polissage des pièces n'est pas nécessaire, car les rayures mineures ne risquent pas d'altérer les performances. Procéder également au nettoyage abrasif des décolorations aux endroits de pénétration des filaments dans le corps de la source.

3 Rincer ensuite tous les résidus abrasifs avec du méthanol de qualité réactive.

   Vérifier si ***tous*** les résidus abrasifs ont été correctement rincés ***avant de procéder*** au nettoyage par ultrasons. Si le méthanol devient trouble ou contient des particules visibles, procéder à nouveau à un triple rinçage.

4 Séparer les pièces ayant fait l'objet d'un nettoyage abrasif des autres pièces.

5 Nettoyer les pièces aux ultrasons (chaque groupe séparément) pendant 15 minutes. Les pièces particulièrement sales doivent être nettoyées à l'aide de trois solvants, dans l'ordre indiqué, en procédant à un nettoyage de 15 minutes avec chacun des trois solvants suivants :

   - Chlorure de méthylène (qualité réactive)

- Acétone (qualité réactive)
- Méthanol (qualité réactive)

Pour les nettoyages de routine, le méthanol est suffisant.

AVERTISSEMENT **Tous ces solvants sont dangereux. Travailler sous une hotte aspirante et prendre toutes les précautions nécessaires.**

6 Poser les pièces sur un becher propre. ***Couvrir*** le becher, sans le serrer, d'une feuille d'aluminum (côté mat vers le bas).

7 Sécher les pièces nettoyées dans un four à 100 °C pendant 5 à 6 minutes.

AVERTISSEMENT **Laisser refroidir les pièces avant de les manipuler.**

NOTE Veiller à ne pas recontaminer les pièces nettoyées et séchées. Enfiler des gants neufs et propres avant de manipuler les pièces. Ne pas déposer les pièces nettoyées sur une surface sale. Ne les déposer que sur des tissus propres et non pelucheux.

Pour assembler une source EI standard ou inerte

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



1 Assembler le bloc repoussoir.

   a Installer la cartouche du bloc repoussoir dans le bloc de chauffage de la source. Voir la section Figure 27 on page 152.

   b Installer les isolants du repoussoir dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repoussoir.

   c Installer le repoussoir avec les isolants du repoussoir, puis fixer, d'abord la rondelle plate, puis la rondelle ressort belleville, dans l'extrémité de la tige du repoussoir et sécuriser la fixation en serrant l'écrou du repoussoir.

2 Insérer la plaque modulaire et le cylindre modulaire dans le corps de la source. Cf. Figure 27.

3 Assembler la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et les isolants de lentille.

4 Faire coulisser ces pièces assemblées dans le corps de la source.

5 Installer les vis qui maintiennent les lentilles en place.

ATTENTION Éviter de serrer exagérément l'écrou du repoussoir, car les isolants en céramique du repoussoir risqueraient de casser lors du chauffage de la source. L'écrou doit être serré à la main.

6 Brancher la prise de l'interface.

7 Fixer le bloc repoussoir au corps de la source à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.

8 Fixer les filaments à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.

ATTENTION Ne serrez pas la prise d'interface trop fort. Un serrage exagéré risquerait d'endommager les filets.

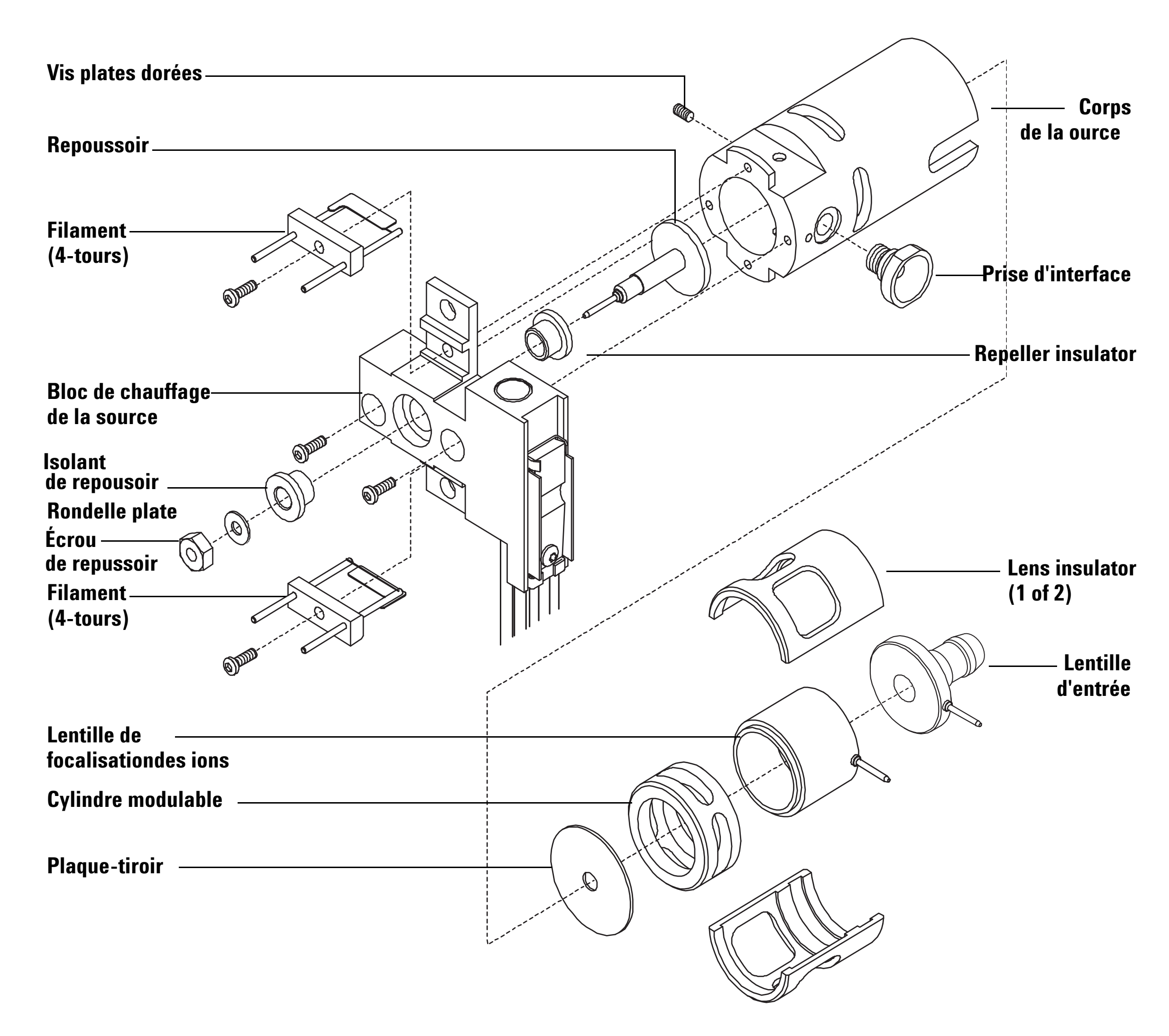


Figure 27 Pour assembler une source EI standard ou inerte

Pour remplacer un filament dans une source EI

Fournitures nécessaires

- Ensemble de filaments (G2590-60053)
- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)

Procédure

1 Mettre le MSD à l'air. See “Mise à l'air du MSD” on page 57.

AVERTISSEMENT **L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.**

2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. See “Ouverture de l'enceinte de l'analyseur” on page 80.

3 Dépot de la source ionique. See “Pour démonter la source EI standard ou inerte” on page 145.

4 Dévisser la vis plate dorée et la rondelle du ou des filaments.

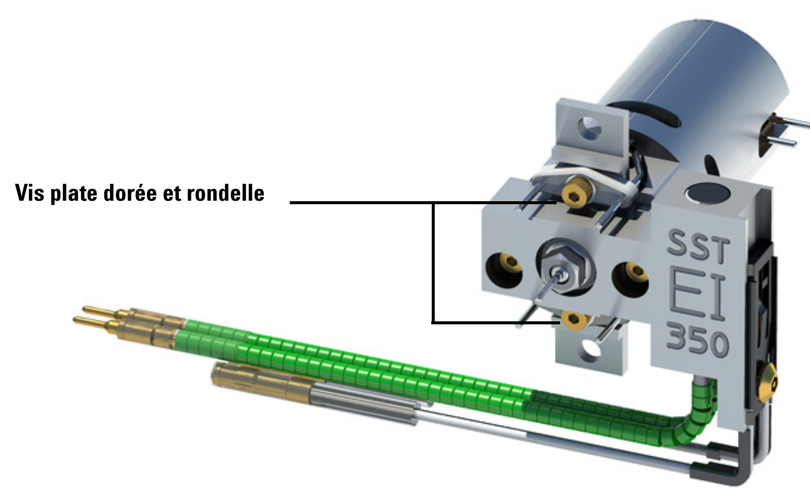


Figure 28 Remplacement du filament

5 Sécuriser le ou les nouveaux filaments avec la vis plate dorée et la rondelle.

6 Après l'installation du filament, vérifier qu'il ne repose pas sur le corps de la source.

7 Installer la source ionique. Voir la section.

8 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section “Pour fermer l'enceinte de l'analyseur” page 83.

9 Évacuer le MSD. Voir la section “Pour mettre le MSD sous vide en mode EI” page 87.

10 Définir le réglage automatique du MSD. Voir la section “Pour régler le MSD en mode EI” page 71.

11 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel « Manual Tune », le paramètre **Filament** permet de saisir les chiffres **1** ou **2** pour définir le nombre de filaments. Quel que soit le nombre de filaments impliqués dans le réglage automatique précédent, saisir l'autre nombre de filaments.

12 Redéfinir le réglage automatique du MSD.

13 Saisir le nombre de filaments donnant le meilleur résultat.

Si vous décidez d'utiliser le premier nombre de filaments, relancer le réglage automatique pour s'assurer que les paramètres de réglage sont compatibles avec le filament.

14 Dans le menu **File**, sélectionner Save Tune Parameters pour enregistrer les paramètres de réglage.

Repose de la source EI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



1 Glisser la source dans le radiateur (Figure 29).
2 Remettre les vis moletées en place et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort.
3 Rebrancher les fils de la source comme illustré à la rubrique “Fermeture de l'enceinte de l'analyseur” . Refermer l'enceinte de l'analyseur.

4 Évacuer le DDM. Voir page 96.

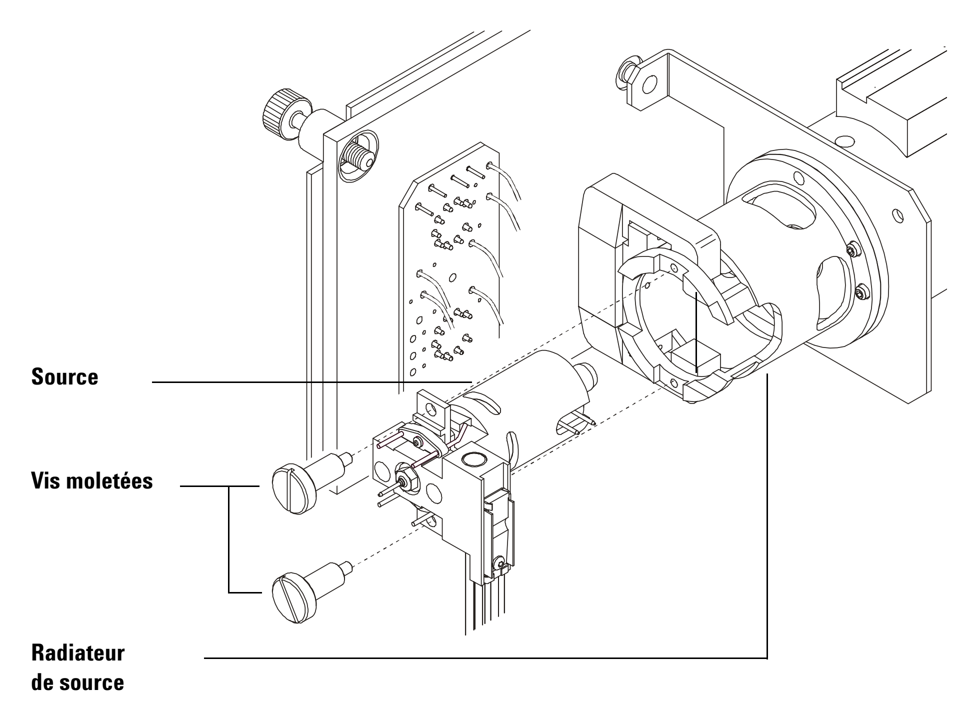


Figure 29 Repose de la source EI

Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons

Fournitures nécessaires

- Avertisseur du multiplicateur d'électrons (G3170-80103)
- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)

Procédure



1 Mettre le MSD à l'air. See "Mise à la pression atmosphérique du MSD" on page 78.

2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section "Ouverture de l'enceinte de l'analyseur" page 80.

3 Ouvrir la rondelle de fixation. Soulever le bras de l'attache vers le haut, puis éloignez l'attache de l'avertisseur du multiplicateur d'électrons.

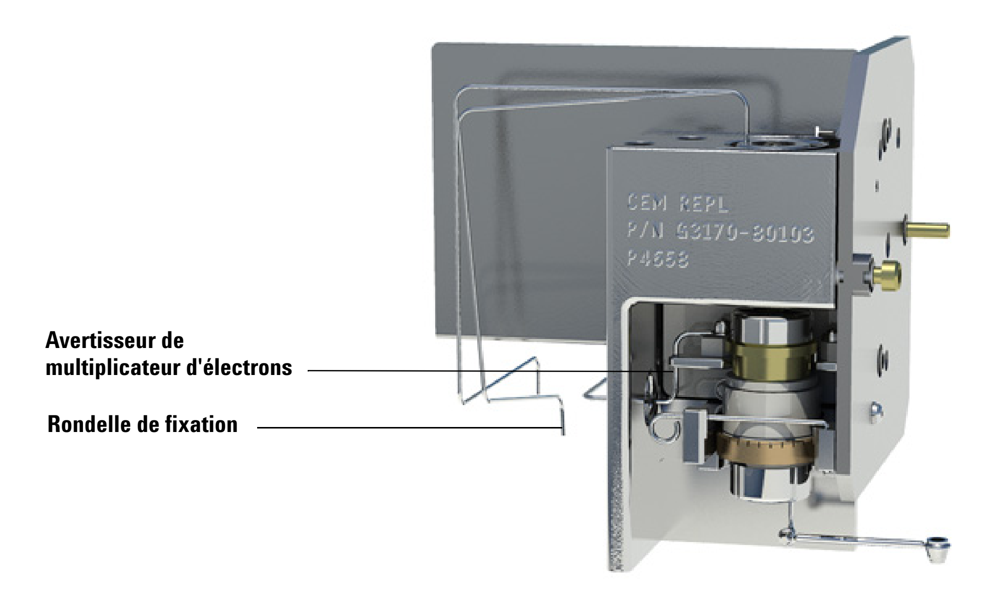


Figure 30 Avertisseur de multiplicateur d'électrons

4 Déposer l'avertisseur du multiplicateur d’électrons.

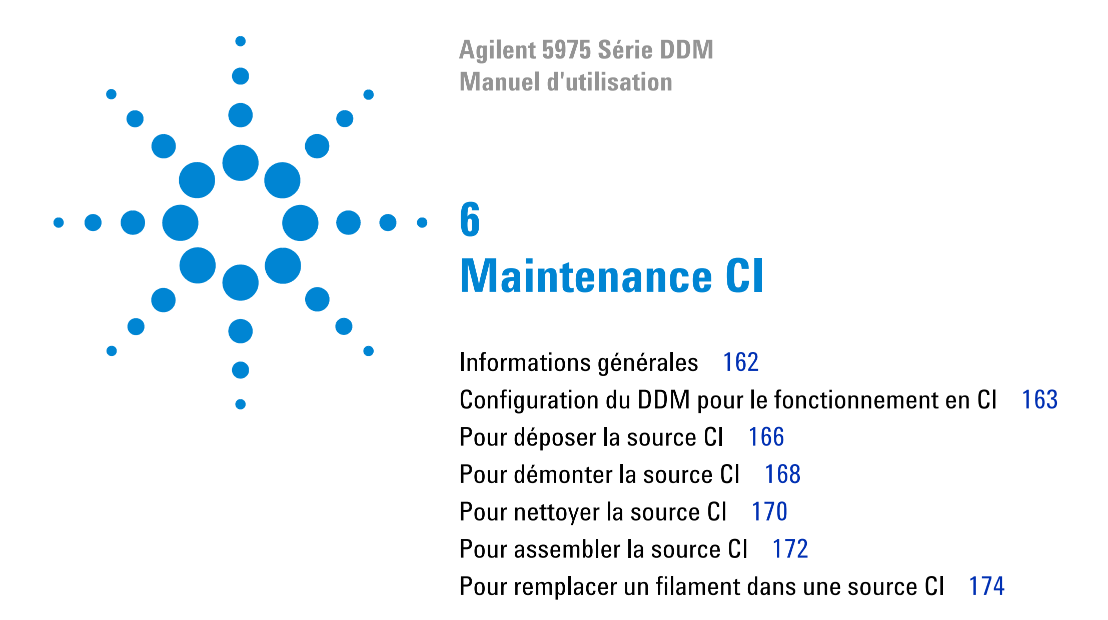
5 Installer le nouvel avertisseur du multiplicateur d’électrons.

6 Fermer la rondelle de fixation.

La broche de signal de l'avertisseur doit rester ***à l'extérieur*** de la boucle dans la bande de frottement. ***Ne pas*** placer la broche de signal à l'intérieur de la boucle dans la bande de frottement. Une installation incorrecte peut réduire la sensibilité ou arrêter le signal.

7 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section “Pour fermer l'enceinte de l'analyseur” page 83.

8 Évacuer le MSD. Voir la section “Pour mettre le MSD sous vide en mode EI” page 87.



6
Maintenance CI

Informations générales 162
Configuration du DDM pour le fonctionnement en CI 163
Pour déposer la source CI 166
Pour démonter la source CI 168
Pour nettoyer la source CI 170
Pour assembler la source CI 172
Pour remplacer un filament dans une source CI 174

Le présent chapitre décrit les procédures de maintenance ainsi que les besoins spécifiques des DDM série 5975 équipés pour l'ionisation chimique (CI).

Informations générales

Nettoyage de la source d'ions

L'effet principal du fonctionnement du DDM en mode CI est la nécessité d'effectuer plus fréquemment le nettoyage de la source. Lorsqu'elle fonctionne en CI, la chambre d'ionisation de la source est soumise à une contamination plus rapide qu'en EI en raison de la pression plus élevée nécessaire pour l'ionisation chimique.

AVERTISSEMENT

Effectuer toutes les procédures de maintenance nécessitant des solvants dangereux sous une hotte aspirante. Veiller à utiliser le DDM dans une pièce bien ventilée.

Ammoniac

L'ammoniac utilisé comme gaz réactif augmente la fréquence d'entretien de la pompe primaire. L'ammoniac attaque l'huile de la pompe primaire qui se dégrade plus rapidement. C'est pourquoi l'huile de la pompe primaire standard doit être contrôlée et remplacée plus fréquemment.

Il faut toujours purger le DDM avec du méthane après avoir utilisé l'ammoniac.

S'assurer que la bouteille d'ammoniac est toujours placée verticalement. Si ce n'est pas le cas, de l'ammoniac liquéfié pourrait pénétrer dans le module de régulation des gaz.

Configuration du DDM pour le fonctionnement en CI

La configuration de l'appareil pour le fonctionnement en CI demande une attention particulière pour éviter les contaminations et les fuites d'air.

Instructions générales

- Avant de mettre le système CPG/DDM fonctionnant en EI à la pression atmosphérique, vérifier qu'il fonctionne correctement. Voir “Pour vérifier les performances du système” .
- S'assurer que les lignes d'alimentation en gaz réactif sont équipées d'un purificateur de gaz (excepté pour l'ammoniac).
- Utiliser des gaz réactifs de très grande pureté ; 99,99 % ou mieux pour le méthane et la pureté la plus élevée possible pour les autres gaz réactifs.

Installation de la source CI

ATTENTION Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre et prendre toute les autres précautions anti-ESD ***avant*** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

Procédure

1 Mettre l'analyseur à la pression atmosphérique et l'ouvrir. Voir page 89.

2 Déposer la source EI. page 156.

3 Sortir la source CI de sa boîte de stockage et la glisser dans le radiateur.

4 Remettre les vis moletées en place (Figure 31).

5 Brancher les connexions comme illustré à la rubrique “Fermeture de l'enceinte de l'analyseur” .

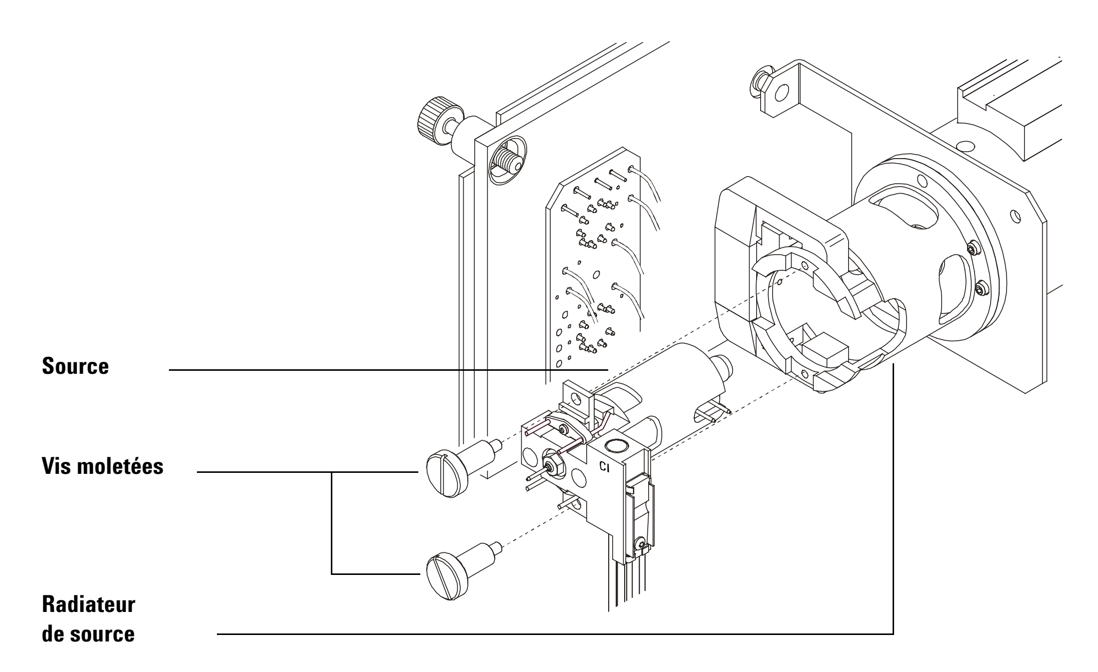


Figure 31 installation de la source CI

Installation du cône d'étanchéité d'extrémité de l'interface CI

Fournitures nécessaires

- Cône d'étanchéité d'extrémité de l'interface (G1099-60412)

  Le cône d'étanchéité d'extrémité de l'interface doit être en place pour le fonctionnement en CI. Sans cela, la source ne peut pas atteindre la pression nécessaire en CI.

ATTENTION Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre et prendre toutes les autres précautions anti-ESD ***avant*** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

Procédure

1 Sortir le cône d'étanchéité de la boîte de stockage de la source.

2 Contrôler la bonne mise en place de la source CI.



3 Placer le cône d'étanchéité sur l'extrémité de l'interface. Pour déposer ce cône d'étanchéité, suivre la procédure ci-dessus en ordre inverse.

4 Contrôler ***avec soin*** l'alignement entre l'analyseur et l'interface.

   Lorsque l'analyseur est aligné correctement, il est possible de le refermer entièrement sans aucune résistance hormis la mise en tension du ressort d'appui du cône d'étanchéité de l'interface.

ATTENTION Forcer l'analyseur à se fermer avec un alignement défectueux endommagera le cône d'étanchéité ou l'interface ou bien la source, ou encore cela empêchera une bonne étanchéité de la plaque latérale.

---

5 Il est possible d'aligner l'analyseur et l'interface en faisant osciller la plaque sur ses charnières. En cas d'impossibilité de fermer correctement l'analyseur, prendre contact avec un représentant du service après-vente Agilent Technologies.

Pour déposer la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



1 Mettre le MSD à l'air. Voir la section “Mise à la pression atmosphérique du MSD” on page 78.

2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section “Ouverture de l'enceinte de l'analyseur” on page 80.

3 Débrancher les 7 fils de la source. Utiliser les pinces pour retirer les connecteurs métalliques de la source. Ne pas plier les fils plus que nécessaire. Voir la section Table 19 pour accéder aux codes de couleur des fils,

Tableau 19 Fils de connexion standard de la source CI

Couleur de fil	Connecté à	Nombre de conducteurs
Bleu	Lentille d'entrée	1
Orange	Lentille de focalisation des ions	1
Blanc	Filament 1 (filament de dessus)	2
Rouge	Repoussoir	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2

4 Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte des traversées électriques. Utiliser les pinces

pour déposer les connecteurs métalliques afin de retirer ces quatrefils de la carte des traversées électriques.

ATTENTION

Tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

5 Déposer les vis moletées de fixation de la source.

6 Sortir la source du radiateur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.

.

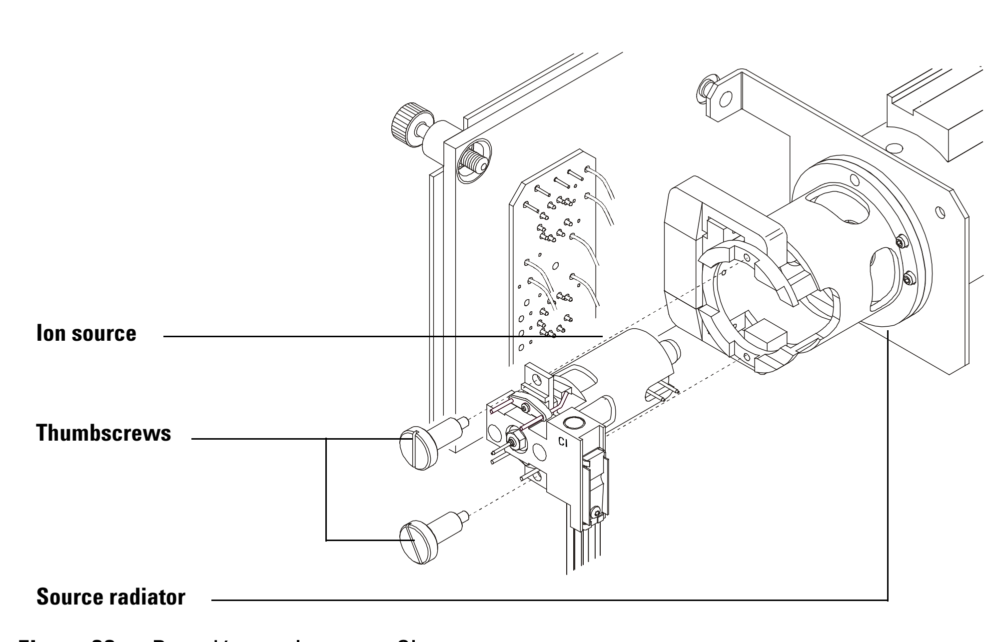


Figure 32 Pour déposer la source CI

Pour démonter la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



1 Déposer la source ionique. Voir la section “Pour déposer la source CI” on page 166.
2 Retirer les filaments. Voir la section Figure 33 page 169
3 Séparer le bloc repoussoir du corps de la source. Le repoussoir est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repoussoir et des pièces connexes.
4 Retirer le repoussoir et l'insolant en céramique, puis les séparer.
5 Dévisser les vis des lentilles.
6 Sortir le jeu de lentilles de la source.
7 Retirer la plaque-tiroir et le cylindre modulable du corps de la source.
8 Séparer la lentille de focalisation des ions, la lentille d’entrée et l'isolant.

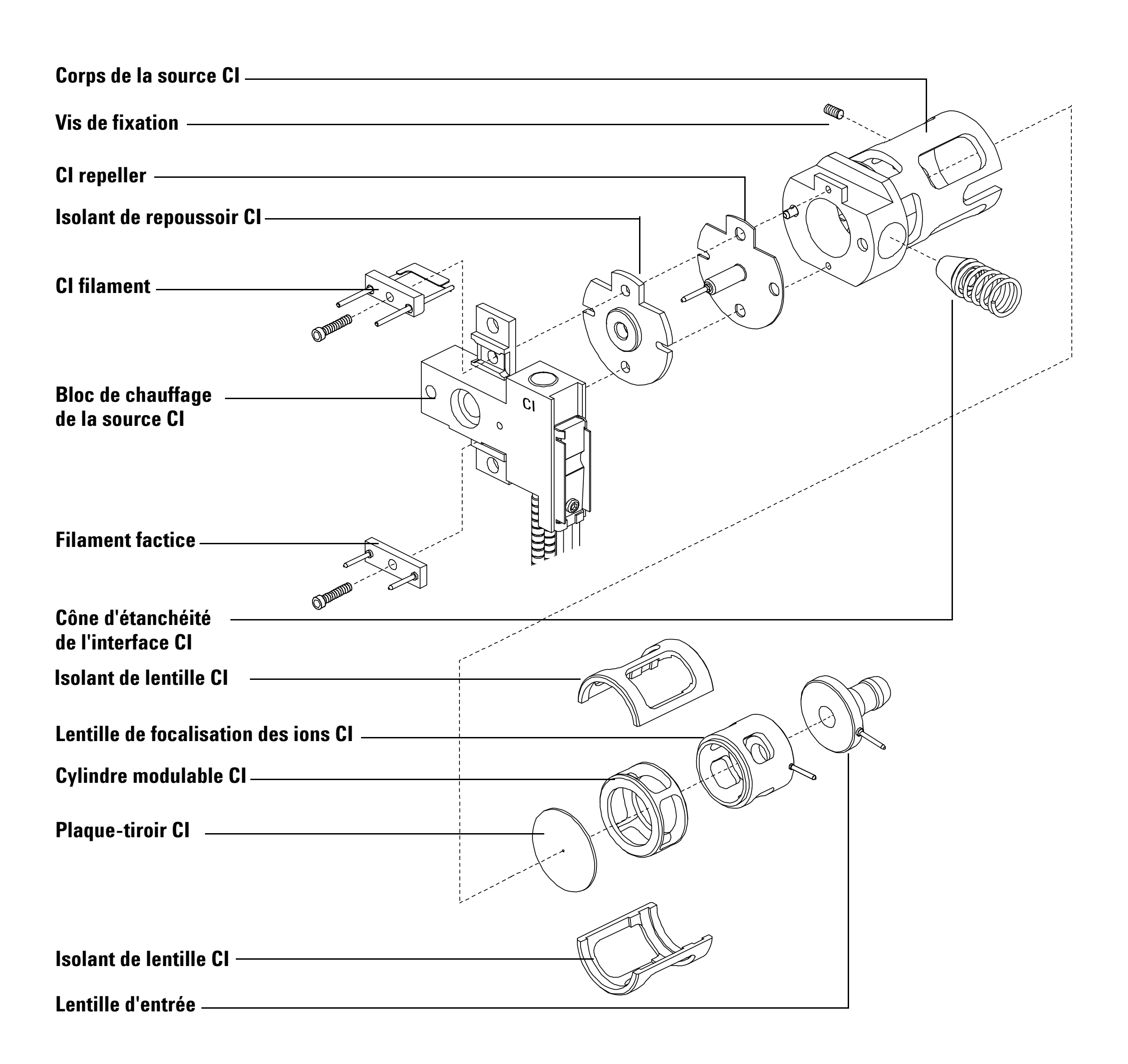


Figure 33 Pour démonter la source CI

Pour nettoyer la source CI

Fournitures nécessaires

- Papier de verre (5061-5896)
- Poudre d'alumine abrasive (8660-0791)
- feuille d'aluminium, nettoyage
- Tissus, nettoyage (05980-60051)
- Ecouvillons en coton (5080-5400)
- Béchers de verre, 500 ml
- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
  - Acétone, qualité réactive
  - Méthanol, qualité réactive
  - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain ultrasonique

Préparation

1 Démonter la source ionique. Voir la section “Pour démonter la source CI” on page 168.



2 Rassembler les pièces à nettoyer suivantes d'une source CI : (Figure 33 page 169)
  - Repoussoir
  - Corps de la source
  - Plaque-tiroir
  - Cylindre modulable
  - Lentille de focalisation des ions
  - Lentille d'entrée

Il s'agit des pièces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions. En principe, les autres pièces ne requièrent pas de nettoyage.

3 Nettoyer les pièces en suivant la description présentée à la section “Pour nettoyer la source EI” on page 141.

ATTENTION

Si les isolants sont sales, les nettoyer avec un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Si cela ne suffit pas à nettoyer les isolants, il convient de les remplacer. Ne nettoyez pas les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.

Pour assembler la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1.5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2.0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



1 Assembler la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et les isolants de lAvertisseur de multiplicateur d'électronsentille.
2 Faire glisser la plaque-tiroir et le cylindre modulable dans le corps de la source (Figure 33 page 169).
3 Faire glisser les pièces assemblées de lentille dans le corps de la source.
4 Serrer les vis de fixation des lentilles.
5 Installer le repoussoir, les isolants du repoussoir, la rondelle, l'écrou du repoussoir et le bloc de chauffage de la source sur le corps de la source.

ATTENTION Éviter de serrer exagérément l'écrou du repoussoir, car les isolants en céramique du repoussoir risqueraient de casser lors du chauffage de la source. L'écrou doit être serré à la main.

6 Réinstaller les filaments à l'aide de la vis plate dorée et de la rondelle ressort.

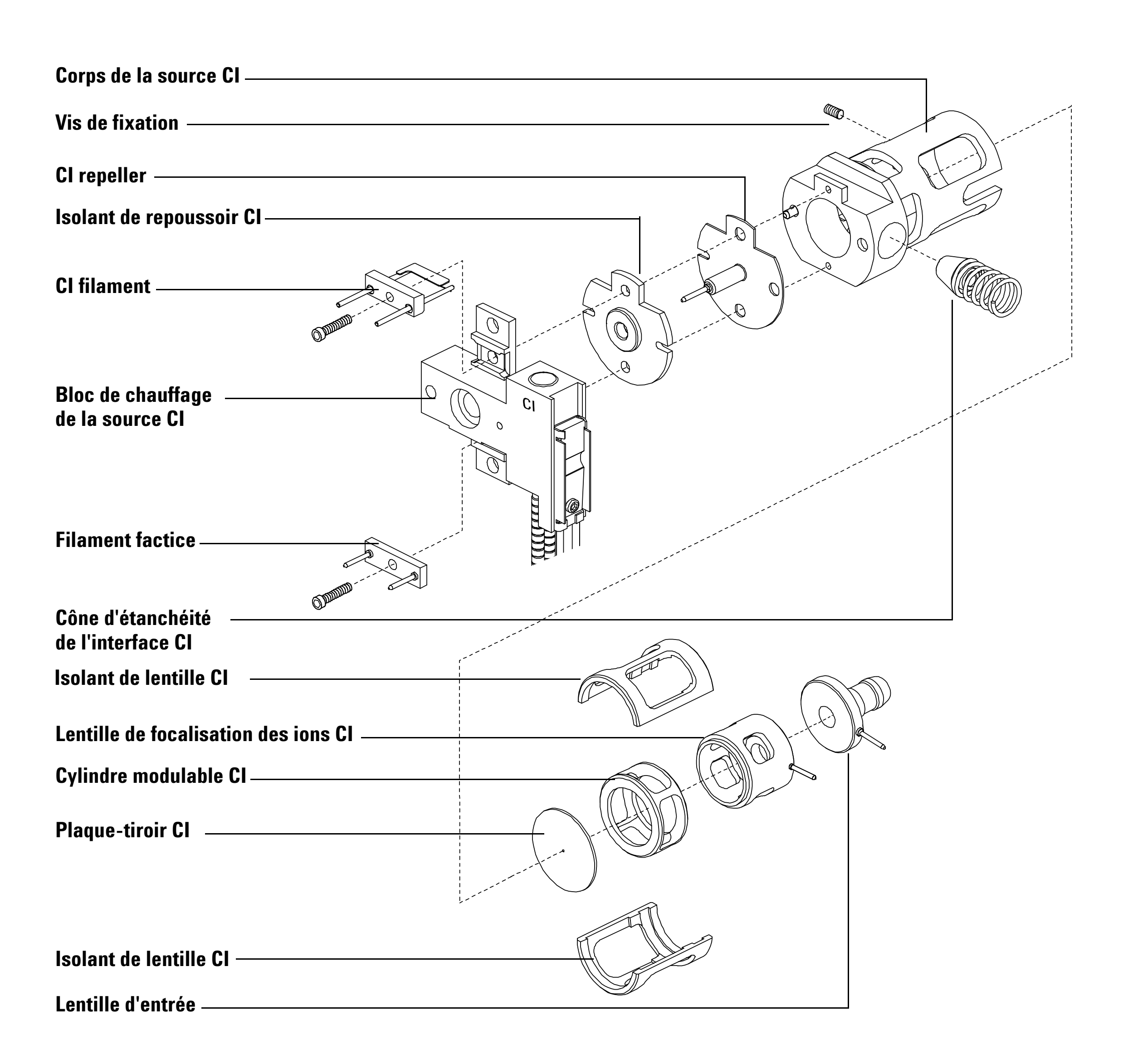


Figure 34 Pour assembler la source CI

Pour remplacer un filament dans une source CI

Fournitures nécessaires

- Ensemble de filaments (G2590-60053)
- Gants, propres, non pelucheux
  - Grande taille (8650-0030)
  - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)

Procédure

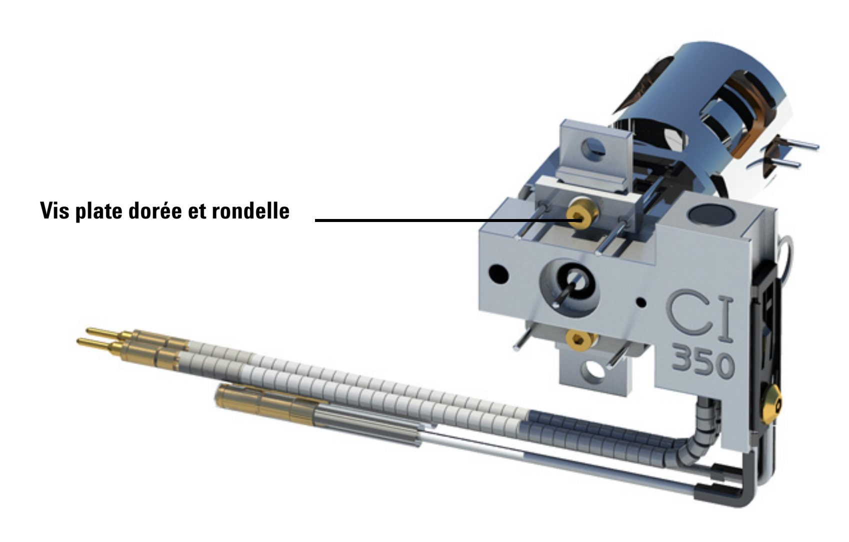
1 Mettre le MSD à l'air. See “Mise à l'air du MSD” on page 57.

AVERTISSEMENT **L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.**

2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. See “Ouverture de l'enceinte de l'analyseur” on page 80.

3 Déposer la source ionique. See “Pour déposer la source CI” on page 166.

4 Dévisser la vis plate dorée et la rondelle du filament.



5 Sécuriser le nouveau filament avec la vis plate dorée et la rondelle.

6 Après l'installation du filament, vérifier qu'il ne repose pas sur le corps de la source.

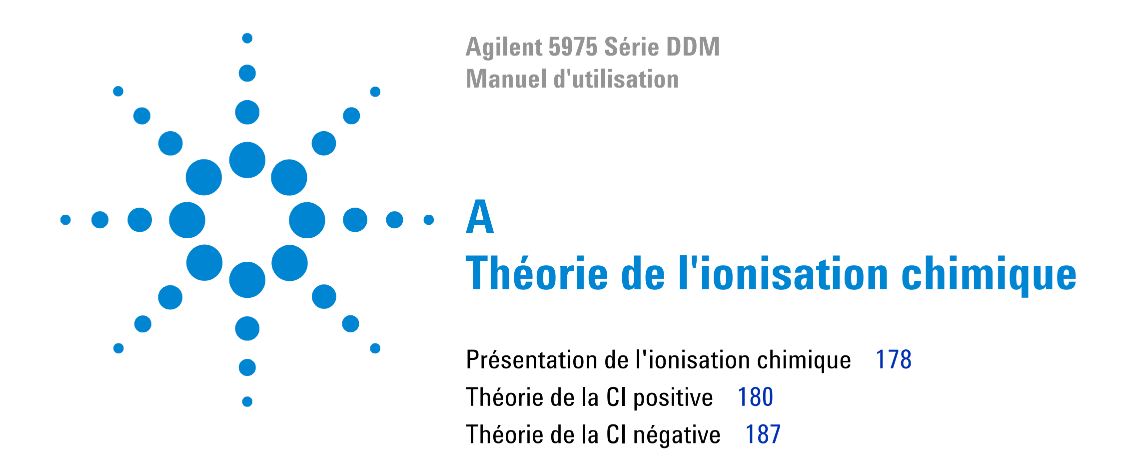
7 Installer la source ionique. Voir la section "Pour assembler la source CI" on page 172.

8 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section "Pour fermer l'enceinte de l'analyseur" on page 83.

9 Mettre le MSD sous vide. Voir la section "Pour mettre le MSD sous vide en mode CI" on page 100.

10 Lancer la procédure d'autoréglage en PCI/méthane. Voir la section "Pour exécuter un autoréglage en PCI (méthane seulement)" on page 114.

11 Dans le menu **File**, sélectionner **Save Tune Parameters** pour enregistrer les paramètres de réglage.



A
Théorie de l'ionisation chimique

Présentation de l'ionisation chimique 178
Théorie de la CI positive 180
Théorie de la CI négative 187

Présentation de l'ionisation chimique

L'ionisation chimique (en abrégé CI, acronyme de Chemical Ionization) est une technique de production des ions utilisée pour l'analyse par spectrométrie de masse. Il y a des différences importantes entre la CI et l'ionisation par impact d'électrons (on dit également impact électronique, en abrégé EI, acronyme du terme anglais Electron Ionization). Cette rubrique est consacrée aux mécanismes les plus courants d'ionisation chimique.

En EI, des électrons dotés d'une énergie relativement élevée (70 eV) entrent en collision avec les molécules de l'échantillon à analyser. Ces collisions entraînent (initialement) la formation d'ions positifs. Suite à cette ionisation, les molécules d'une substance donnée se fragmentent d'une manière assez bien prévisible. L'EI est un procédé direct d'ionisation. L'énergie est transférée par collision directement des électrons aux molécules de l'échantillon.

Pour la CI, outre l'échantillon et le gaz vecteur, on introduit une quantité importante de gaz réactif dans la chambre d'ionisation. En raison de la présence de cette quantité de gaz réactif considérable par rapport à la quantité d'échantillon, la plupart des électrons émis entrent en collision avec les molécules du gaz réactif pour former des ions réactifs. Ces ions du gaz réactif réagissent entre eux selon des mécanismes primaires et secondaires qui établissent un équilibre. Ils réagissent également de différentes façons avec les molécules de l'échantillon pour donner naissance à des ions de l'échantillon. La formation des ions CI met en jeu des énergies bien plus faibles et est par conséquent beaucoup moins agressive que l'EI. Comme la CI entraîne une fragmentation nettement plus faible de l'échantillon, les spectres CI possèdent généralement un ion moléculaire important. C'est la raison pour laquelle la CI est souvent utilisée pour déterminer le poids moléculaire des composés de l'échantillon.

Le méthane est le gaz réactif le plus couramment utilisé. Il conduit à certains motifs caractéristiques d'ionisation. Les autres gaz réactifs donnent des motifs caractéristiques de fragmentation différents et peuvent conduire à une meilleure sensibilité pour certains échantillons. L'isobutane et l'ammoniac sont couramment utilisés à la place du méthane. Le dioxyde de carbone est souvent utilisé pour l'ionisation chimique négative. Le dioxyde de carbone, l'hydrogène, le fréon, le triméthylsilane, l'oxyde nitrique et la méthylamine ne sont que rarement utilisés. Les réactions d'ionisation sont spécifiques de chaque gaz réactif.

AVERTISSEMENT **L'ammoniac est toxique et corrosif. L'utilisation de l'ammoniac nécessite une maintenance particulière et des précautions de sécurité.**

La présence d'eau dans un gaz réactif diminue considérablement la sensibilité CI. Un pic important à la masse *m/z* 19 (H_30^+) en CI positive est un symptôme caractéristique permettant de diagnostiquer la présence d'eau. Si la concentration est suffisamment élevée, en particulier en présence de gaz de référence, la contamination aqueuse entraîne une pollution importante de la source. Le gaz réactif est fréquemment contaminé par de l'humidité juste après le remplacement de la canalisation de distribution ou de la bouteille. Cette contamination diminue souvent lorsqu'on laisse un faible débit de gaz réactif pendant quelques heures afin de purger le système.

Références sur l'ionisation chimique

A. G. Harrison, *Chemical Ionization Mass Spectrometry (Spectrométrie de masse en ionisation chimique)*, 2e édition, CRC Press, INC. Boca Raton, FL (1992) ISBN 0-8493-4254-6.

W. B. Knighton, L. J. Sears, E. P. Grimsrud, "High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry" (Spectrométrie de masse par capture d'électrons à pression élevée), *Mass Spectrometry Reviews* (1996), **14**, 327-343.

E. A. Stemmler, R. A. Hites, *Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds (Spectres de masse de polluants de l'environnement et substances apparentées en ions négatifs obtenus par capture d'électrons)*, VCH Publishers, New York, NY (1988) ISBN 0-89573-708-6.

Théorie de la CI positive

La CI positive (PCI, acronyme de Positive CI) fonctionne avec des tensions d'analyseur de polarité identique à l'EI. En PCI, le gaz réactif est ionisé par collision avec les électrons émis. Les ions du gaz réactif réagissent chimiquement avec les molécules de l'échantillon (comme donneurs de proton) pour former les ions de l'échantillon. La formation des ions PCI est moins énergétique qu'en EI et produit une fragmentation plus faible. Cette réaction conduit généralement à une quantité importante d'ions moléculaires, c'est pourquoi elle est fréquemment utilisée pour déterminer la masse moléculaire des échantillons.

Le méthane est le gaz réactif le plus couramment utilisé. La PCI avec le méthane fonctionne avec virtuellement tous les types de molécules. Les autres gaz réactifs comme l'isobutane ou l'ammoniac sont plus sélectifs et produisent encore moins de fragmentation. En raison de l'abondance importante des ions provenant du gaz réactif, la PCI n'est pas extrêmement sensible et les limites de détection sont relativement élevées.

Il existe quatre mécanismes fondamentaux d'ionisation qui entrent en jeu dans l'ionisation chimique positive à une pression de source de 0,8 à 2,0 torrs. Ces mécanismes sont :

- Transfert de proton
- Perte d'un ion hydrure
- Adduction d'ions
- Échange de charge

Selon le gaz réactif utilisé, un ou plus de ces mécanismes peut être mis à contribution pour expliquer les produits d'ionisation observés dans le spectre de masse obtenu.

La Figure 35 montre des spectres EI, PCI/méthane et PCI/ammoniac du stéarate de méthyle. La simplicité des motifs ioniques, l'abondance importante de l'ion $[MH]^+$ et la présence des 2 ions adduits (M+29 et M+41) sont caractéristiques de l'ionisation chimique positive en présence de méthane comme gaz réactif.

La présence d'air ou d'eau dans le système, en particulier si le composé de référence PFDTD est aussi présent pollue rapidement la source.

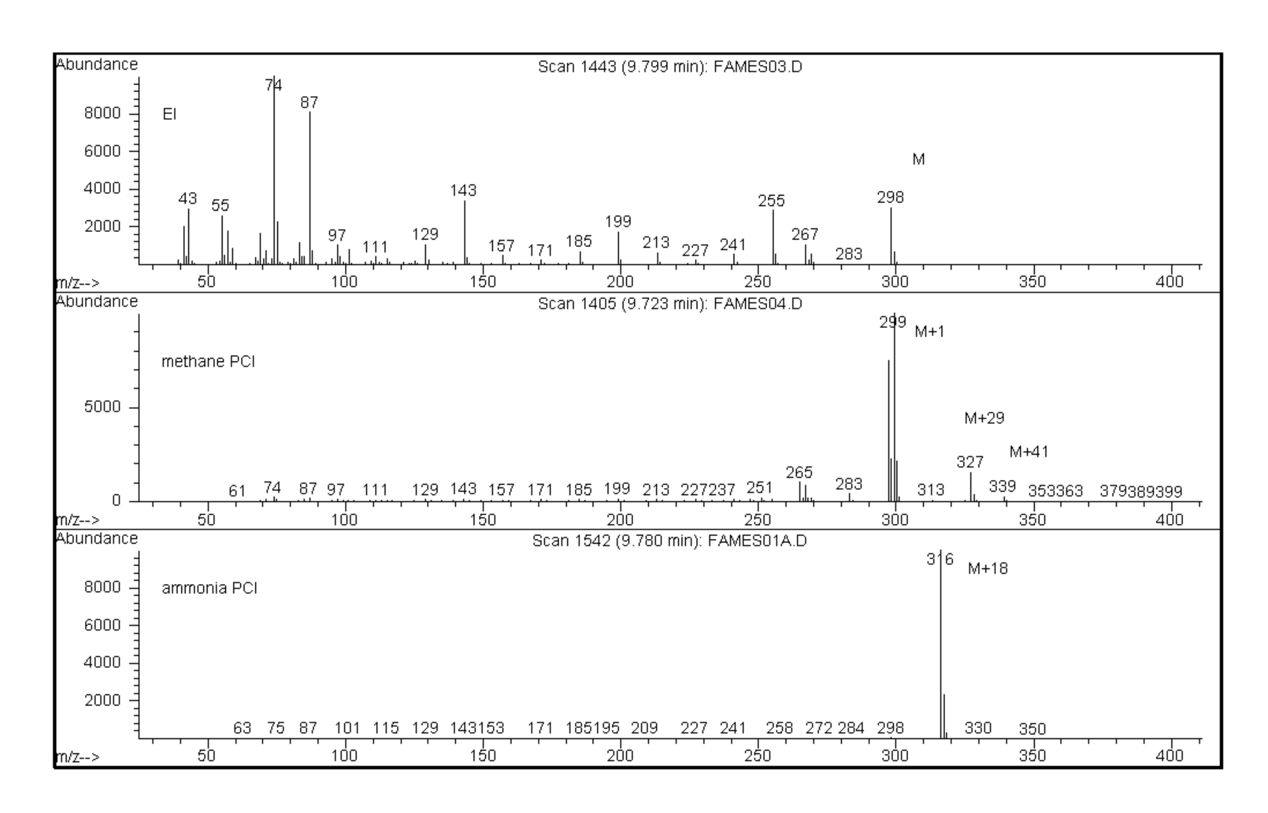


Figure 35 Stéarate de méthyle (PM = 298) : EI, PCI/Méthane et PCI/Ammoniac

Transfert de proton

La réaction suivante représente le transfert de proton

$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$

on y voit le gaz réactif B qui a subi une ionisation par protonation. Si l'affinité protonique de l'analyte (échantillon) M est supérieure à celle du gaz réactif, alors l'ion protoné du gaz réactif transférera son proton à l'analyte pour former un ion chargé positivement.

L'exemple le plus fréquemment utilisé pour illustrer le transfert de proton est celui de la réaction de l'ion CH_5^+ sur la molécule de l'analyte pour donner un ion moléculaire protoné MH^+.

Les affinités protoniques relatives du gaz réactif et de l'analyte déterminent la réaction de transfert de proton. Si l'analyte possède une infinité supérieure à celle du gaz réactif, la réaction peut se produire. Le méthane (CH_4) est le gaz réactif le plus courant en raison de sa faible affinité protonique.

L'affinité des protons peut être déterminée au moyen de la réaction suivante :

$B + H^+ \rightarrow BH^+$

dans laquelle l'affinité protonique est exprimée en kcal/mole. L'affinité protonique du méthane est de 127 kcal/mole. Les tableaux 20 et 21 donnent les affinités protoniques de plusieurs gaz réactifs possibles ainsi que de plusieurs petites molécules organiques possédant différents groupes fonctionnels.

Le spectre de masse produit par une réaction de transfert de proton dépend de plusieurs critères. S'il y a une grande différence d'affinité protonique (comme avec le méthane), l'ion moléculaire protoné peut présenter un excédent énergétique considérable. Il peut s'en débarrasser par une fragmentation importante. C'est pourquoi pour certaines analyses, l'isobutane pourra être préféré au méthane en raison de son affinité protonique supérieure (195 kcal/mole). Avec une affinité protonique encore plus élevée (207 kcal/mole), l'ammoniac possède une probabilité moindre de protoner un grand nombre d'analytes. L'ionisation chimique par transfert de proton est généralement considérée comme une ionisation “douce”, mais son degré de “douceur” dépend malgré tout des affinités protoniques de l'analyte et du gaz réactif ainsi que d'autres paramètres comme la température de la source.

Tableau 20 Affinité protonique de quelques gaz réactifs

Molécule	Affinité protonique kcal/mole	Ion réactif formé
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

Tableau 21 Affinité protonique de quelques composés organiques

Molécule	Affinité protonique (kcal/mole)	Molécule	Affinité protonique (kcal/mole)
Acétaldéhyde	185	Méthylamine	211
Acide acétique	188	Chlorure de méthyle	165
Acétone	202	Cyanure de méthyle	186
Benzène	178	Sulfure de méthyle	185
2-butanol	197	Méthyl-cyclopropane	l80
Cyclopropane	179	Nitroéthane	185
Diméthyl-éther	190	Nitrométhane	180
Éthane	121	Acétate de n-Propyle	207
Formiate d'éthyle	198	Propylène	179
Acide formique	175	Toluène	187
Acide bromhydrique	140	*Trans-2-butène*	180

Tableau 21 Affinité protonique de quelques composés organiques (suite)

Molécule	Affinité protonique (kcal/mole)	Molécule	Affinité protonique (kcal/mole)
Acide chlorhydrique	141	Acide trifluoroacétique	167
Isopropanol	190	Xylène	187
Méthanol	182		

Perte d'un ion hydrure

Au cours de la formation des ions réactifs, divers ions peuvent apparaître ayant une forte infinité pour l'ion hydrure (H^-). Si l'affinité d'un ion réactif pour l'ion hydrure est supérieure à celle de l'ion formé par l'analyte ayant perdu un ion hydrure (perte de H^-), cela signifie que le bilan thermodynamique est favorable à ce processus d'ionisation chimique. On peut citer comme exemple la perte d'un ion hydrure dans l'ionisation chimique des alcanes en présence de méthane. Pour la CI/méthane, les ions CH_5^+ et $C_2H_5^+$ sont susceptibles de mener à une perte d'ion hydrure. Ces espèces chimiques ont une grande affinité pour l'ion hydrure, c'est pourquoi la perte de H^- se produit dans les alcanes à longue chaîne, selon le principe général de réaction suivant :

$$R^+ + M \rightarrow [M\text{–}H]^+ + RH$$

Pour le méthane, R^+ est CH_5^+ ou $C_2H_5^+$, tandis que M représente un alcane à longue chaîne. Dans le cas de CH_5^+, les produits de réaction sont les suivants : $[M\text{–}H]^+ + CH_4 + H_2$. Un spectre résultant d'une perte d'ion hydrure présentera un pic à *m/z* M–1 résultant de la perte d'un ion H^-. Cette réaction est exothermique et entraîne fréquemment une fragmentation secondaire de l'ion $[M\text{–}H]^+$.

Les deux mécanismes, perte d'ion hydrure et transfert de proton, sont souvent observés dans le spectre d'un même composé. Le spectre CI/méthane d'un ester méthylique à longue chaîne constitue un bon exemple avec la perte d'un ion hydrure sur la chaîne carbonée et le transfert de proton sur la fonction ester. Par exemple, dans le spectre PCI /méthane du stéarate de méthyle, le pic MH^+ à *m/z* 299 est formé par transfert de proton et le pic $[M\text{–}1]^+$ à *m/z* 297 est formé par perte d'un ion hydrure.

Adduction d'ions

Pour de nombreux analytes, le bilan thermodynamique des mécanismes d'ionisation par transfert de proton et perte d'ion hydrure ne sont pas favorables. Dans ce dernier cas, l'activité des ions du gaz réactif est cependant suffisante pour former des combinaisons avec les molécules de l'analyte par des mécanismes de condensation ou d'associations (réactions d'adduction). Les ions résultants sont appelés ions adduits. On observe une adduction dans l'ionisation chimique en présence de méthane grâce aux ions $[M+C_2H_5]^+$ et $[M+C_3H_5]^+$ qui se forment dans le mélange et produisent les pics aux *m/z* M+29 et M+41.

Les réactions d'adduction sont particulièrement importantes dans la CI/Ammoniac. NH_3 a en effet une forte affinité protonique et peu de composés organiques subiront un transfert de proton avec ce gaz réactif. Dans la CI/Ammoniac, une série de réactions ion-molécule se produit et donne naissance aux ions NH_4^+, $[NH_4NH_3]^+$ et $[NH_4(NH_3)_2]^+$. L'ion ammonium NH_4^+ est en particulier à l'origine de l'intense ion $[M+NH_4]^+$ observé à *m/z* M+18 par un mécanisme de condensation ou d'association. Si l'ion résultant est instable, une fragmentation secondaire peut être observée. La perte d'un neutre comme H_2O ou NH_3 qui se manifeste respectivement par une perte de 18 ou 17 unités du rapport *m/z* est également assez répandue.

Échange de charge

L'ionisation par échange de charge peut être décrite par la réaction suivante :

$$X^{+\bullet} + M \rightarrow M^{+\bullet} + X$$

dans cette dernière, X^+ représente le gaz réactif ionisé et M l'analyte à observer. Parmi les gaz réactifs utilisés pour l'ionisation par échange de charge, on notera les gaz rares (hélium, néon, argon, krypton, xénon et radon), l'azote, le dioxyde de carbone, le monoxyde de carbone, l'hydrogène et d'autres gaz qui ne réagissent pas “chimiquement” avec l'analyte. Pour tous ces gaz réactifs, lorsqu'ils sont ionisés, l'énergie de recombinaison s'exprime par l'expression :

$$X^{+\bullet} + e^- \rightarrow X$$

il s'agit d'une simple recombinaison du gaz réactif ionisé avec un électron qui reforme une molécule neutre. Si cette énergie est supérieure à l'énergie nécessaire pour arracher un électron à l'analyte, le bilan énergétique global est positif (exothermique) et la réaction ci-dessus se produit.

L'ionisation chimique par échange de charge n'est pas très répandue dans les applications analytiques générales. On y recourt dans certains cas lorsque les autres mécanismes d'ionisation chimique ont un bilan thermodynamique défavorable.

Théorie de la CI négative

Pour l'ionisation chimique négative (NCI, acronyme de Negative Chemical Ionization), on inverse la polarité des tensions de l'analyseur afin de sélectionner les ions négatifs. La NCI peut mettre en œuvre plusieurs mécanismes chimiques. Tous ces mécanismes ne conduisent pas aux augmentations spectaculaires de sensibilité qu'on associe souvent à la NCI. Les quatre mécanismes de réaction les plus courants sont :

- la capture d'électron,
- la capture d'électron dissociative,
- la formation de paires d'ions,
- les réactions ion-molécule.

Dans tous les cas sauf pour les réactions ion-molécule, le gaz réactif joue un rôle différent de celui qu'il joue en PCI. En NCI, le gaz réactif est souvent appelé gaz tampon. Lorsque le gaz réactif est bombardé par les électrons énergétiques émis par le filament, les réactions suivantes se produisent :

$$\text{Gaz réactif} + e^-_{(230eV)} \rightarrow \text{ions réactifs} + e^-_{(\text{thermique})}$$

Si le gaz réactif est le méthane (Figure 36), la réaction est la suivante :

$$CH_4 + e^-_{(230eV)} \rightarrow CH_4^+ + 2e^-_{(\text{thermiques})}$$

Les électrons thermiques ont une énergie beaucoup plus faible que les électrons émis par le filament. Ce sont ces électrons thermiques qui peuvent réagir avec les molécules de l'échantillon.

Il ne se forme pas d'ions réactifs négatifs. C'est pourquoi le bruit de fond que l'on voit en mode PCI n'apparaît pas ici et on observe alors des limites de détection bien inférieures en NCI. Pour pouvoir détecter des ions formés par NCI, il faut faire fonctionner le DDM en mode négatif. Ce mode de fonctionnement inverse la polarité des tensions appliquées à l'analyseur.

Le dioxyde de carbone est souvent utilisé comme gaz tampon en NCI. Il présente sur les autres gaz des avantages évidents en termes de coût, disponibilité et sécurité.

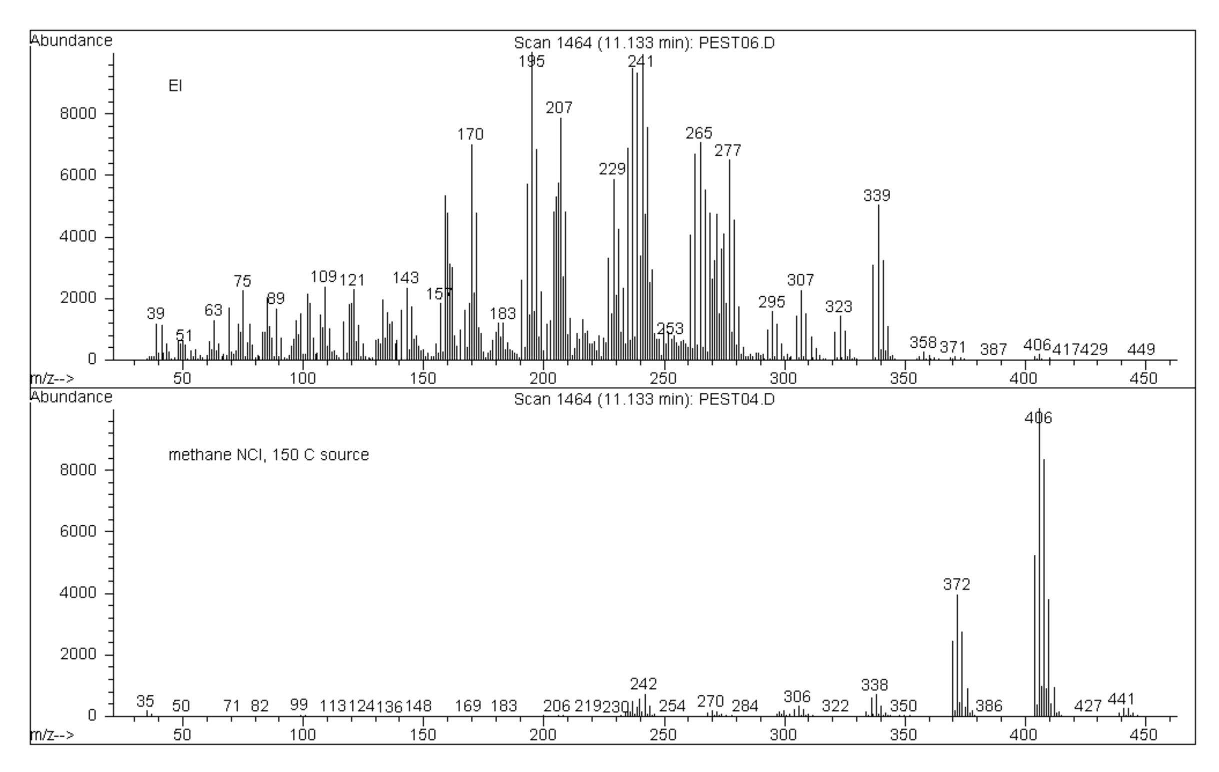


Figure 36 Endosulfan I (PM = 404) : EI et NCI/Méthane

Capture d'électron

La capture d'un électron est le mécanisme fondamental qui intéresse la NCI. La capture d'électron (on utilise fréquemment le terme de spectrométrie de masse par capture d'électron à haute pression ou HPECMS, acronyme de High-Pressure Electron Capture Mass Spectrometry) est responsable de la haute sensibilité qui fait la réputation de la NCI. Pour certains échantillons, dans des conditions idéales, la sensibilité obtenue en capture d'électrons est de 10 à 1 000 fois plus élevée qu'en ionisation positive.

Noter que toutes les réactions associées à la CI positive se produisent également en mode NCI, généralement avec les produits contaminants. Les ions positifs formés ne sortent pas de la source en raison de l'inversion des potentiels des lentilles et leur présence peut inhiber les réactions de capture d'électrons.

La réaction suivante décrit le mécanisme de capture d'électron :

$$MX + e^{-}_{\text{(thermique)}} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

MX y représente la molécule d'échantillon et l'électron est un électron thermique (faible énergie cinétique) produit par interaction entre les électrons à haute énergie et le gaz réactif.

Dans certains cas, le radical-anion $MX^{-\bullet}$ n'est pas stable. Cela peut conduire à la réaction inverse :

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

Cette réaction inverse est parfois appelée perte spontanée (d'un électron). Il s'agit habituellement d'une réaction extrêmement rapide. Il y a donc très peu de temps pour que l'anion instable soit stabilisé par des collisions ou d'autres réactions.

La capture d'électron est favorisée par la présence d'hétéroatomes dans la molécule. Par exemple : azote, oxygène, phosphore, soufre, silicium et tout particulièrement les halogènes : fluor, chlore, brome et iode.

La présence d'oxygène, d'eau et de presque tous les contaminants interfère avec la réaction de capture d'un électron. Les contaminants sont à l'origine de la formation d'un ion négatif par la réaction ion-molécule plus lente. Cela diminue généralement la sensibilité. Toutes les sources potentielles de contamination en particulier l'oxygène (air) et l'humidité doivent être éradiquées.

Capture d'électron dissociative

La capture d'électron dissociative est également connue sous le nom de capture résonnante dissociative. Il s'agit d'un processus similaire à la capture d'un électron. La différence tient au fait que la molécule fragmente (se dissocie) pendant la réaction. Cette réaction aboutit en général à la formation d'un anion et d'un radical neutre. La réaction suivante décrit le mécanisme de capture d'électron dissociative :

$$MX + e^{-}_{(thermique)} \rightarrow M^{\bullet} + X^{-}$$

Cette réaction ne conduit pas à la même sensibilité que la capture d'un électron et le spectre produit montre généralement une abondance plus faible de l'ion moléculaire.

Comme pour la capture d'électron, les produits de la capture dissociative d'électron ne sont pas nécessairement stables. La réaction inverse peut parfois se produire. Cette réaction inverse est parfois appelée perte associative spontanée (d'un électron). L'équation de cette réaction inverse est :

$$M^{\bullet} + X^{-} \rightarrow MX + e^{-}$$

Formation de paires d'ions

La formation d'une paire d'ions est à première vue similaire à la capture d'électron dissociative. L'équation suivante décrit la formation de la paire d'ions :

$$MX + e^{-}_{(thermique)} \rightarrow M^{+} + X^{-} + e^{-}$$

Comme pour la capture d'électron dissociative, la molécule de l'échantillon fragmente. Cependant à la différence de la capture d'électron dissociative, l'électron n'est pas capturé par l'un des fragments. La molécule de l'échantillon fragmente au contraire de sorte que les électrons sont distribués de façon inégale et qu'il se forme un ion positif et un ion négatif.

Réactions ion-molécule

Les réactions ion-molécule se produisent lorsque de l'oxygène, de l'humidité ou d'autres contaminants sont présents dans la source CI. Les réactions ion-molécule sont deux à quatre fois plus lentes que les autres réactions de capture d'électron et ne fournissent pas une sensibilité de détection comparable à celle de la capture d'électron classique. Les réactions ion-molécule sont décrites par l'équation générale :

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

dans laquelle X^- est la plupart du temps un halogène ou un groupe hydroxyle créé par l'ionisation des contaminants par les électrons du filament. Les réactions ion-molécule sont en compétition avec les réactions de capture d'électrons. Plus il se produit de réactions ion-molécule, moins il se produit de réactions de capture d'électrons.



Imprimé aux États-Unis, février 2013



G3170-93056